

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**CARACTERIZAÇÃO E CONTROLE DO DEFEITO
OCASIONADO PELO USO DO FONOLITO EM MASSAS
CERÂMICAS GRÊS**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE
SANTA CATARINA PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE
MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA**

SIMONE MONTE-MÓR MUSSOLIN

FLORIANÓPOLIS, JUNHO DE 1996

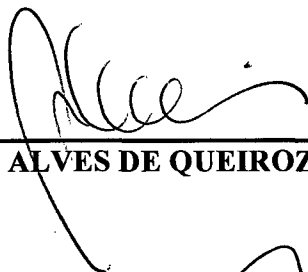
**CARACTERIZAÇÃO E CONTROLE DO DEFEITO
OCASIONADO PELO USO DO FONOLITO EM MASSAS
CERÂMICAS GRÊS**

SIMONE MONTE-MÓR MUSSOLIN

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A
OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA,
ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE
CONCENTRAÇÃO ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS.**



PROF. DR. ORESTES ESTEVAM ALARCON - ORIENTADOR

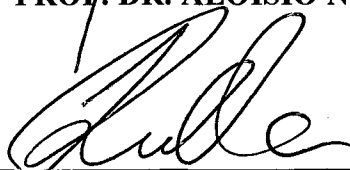


PROF. DR. ABELARDO ALVES DE QUEIROZ - COORDENADOR DO CURSO

BANCA EXAMINADORA:




PROF. DR. ALOÍSIO NELMO KLEIN



PROF. DR. HUMBERTO GRACHER RIELLA



PROF. DR. OSMAR POSSAMAI



M.Sc. CRISTINA DONEDA GOMES DE BORBA

**Aos meus pais Maria Laura e Bruno,
e à minha irmã Denise.**

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Orestes Estevam Alarcon à proposição do tema, orientação e pelo empenho na viabilização dos experimentos em escala industrial.

Agradeço à Cristina Doneda Gomes de Borba pela amizade e apoio no desenvolvimento desse trabalho.

Agradeço ao Prof. Osmar Possamai pela proposição da metodologia utilizada, bem como, pelo incentivo e atenção.

Agradeço, igualmente, aos professores Aloísio Nelmo Klein e Humberto Gracher Riella, pela participação como membros da banca examinadora.

Agradeço ao Prof. Sergio Gargioni pelos conselhos e auxílio na definição do tema.

Agradeço à Empresa Cerâmica Portobello S.A. pelo apoio no desenvolvimento deste trabalho e pelo uso de suas instalações, em particular aos engenheiros Nilson Schwartz da Silva, Roberto Basso e Homero Gustavo Calatzis.

Agradeço aos bolsistas de iniciação científica André Spiandorin, Cristiano Nunes Vitório e Éverton R. Breitenbach pelo auxílio e dedicação na realização das análises.

Agradeço ao CNPq pelo auxílio financeiro, sem o qual não seria possível a realização desse trabalho.

Agradeço aos meus amigos pelo conforto e alegria, principalmente na etapa final desse trabalho.

Agradeço a Maurício Nath Lopes pela amizade verdadeira e incentivo em todas as etapas do mestrado.

Enfim, agradeço a todas as pessoas com as quais mantive contato enquanto aluna de pós graduação, e que colaboraram para o sucesso desta etapa vencida.

SUMÁRIO

	Página
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	01
1.1 - Escopo.....	01
1.2 - Objetivos.....	02
1.3 - Justificativas.....	02
1.4 - Metodologia.....	03
1.5 - Limites do Trabalho.....	04
1.6 - Estrutura do Trabalho.....	04
CAPÍTULO 2 - O PRODUTO CERÂMICO DE PAVIMENTO	06
2.1 - O Produto Cerâmico de Pavimento Esmaltado Tipo Grês.....	06
2.2 - Processo de Fabricação do Produto Cerâmico de Pavimento Esmaltado.....	08
2.3 - Matérias Primas Utilizadas na Formulação da Massa Cerâmica.....	18
2.4 - O Fonolito - Feldspatos, Feldspatóides e Piroxênios.....	20
CAPÍTULO 3 - METODOLOGIA	23
3.1 - Classificação de Defeitos em Produtos Cerâmicos.....	23
3.2 - Metodologia de Análise do Defeito.....	25
3.2.1 - Caracterização da Falha e dos Efeitos.....	25
3.2.2 - Determinação da Causa da Falha.....	25
3.2.3 - Simulação.....	25
3.2.4 - Determinação do Grau de Ocorrência da Falha.....	26
3.2.5 - Determinação do Grau de Severidade da Falha.....	27
3.2.6 - Determinação do Grau de Detecção da Falha.....	28
3.2.7 - Classificação do Risco de Falha.....	29

CAPÍTULO 4 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	31
4.1 - Caracterização do Defeito.....	31
4.2 - Metodologia de Preparação de Amostras a Partir de Matéria Prima.....	31
4.3 - Caracterização do Fonolito e Fases Piroxênicas.....	32
4.3.1 - Análise Microestrutural.....	32
4.3.2 - Análise Mineralógica.....	32
4.3.3 - Análise Química.....	33
4.3.4 - Análise Térmica.....	33
4.4 - Simulação do Defeito.....	33
4.4.1 - Metodologia Empregada na Simulação do Defeito.....	33
4.4.2 - Preparação do Substrato Cerâmico.....	34
4.4.3 - Esmaltação das Amostras.....	35
4.4.4 - Sinterização.....	35
4.5 - Análise das Amostras Obtidas da Simulação do Defeito.....	35
4.5.1 - Análise das Partículas de Piroxênios no Substrato Cerâmico.....	36
4.5.2 - Análise da Superfície Esmaltada.....	37
 CAPÍTULO 5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES	 38
5.1 - Caracterização da Falha e dos Efeitos.....	38
5.2 - Causa da Falha.....	39
5.2.1 - Análise do Defeito.....	39
5.2.2 - Caracterização do Fonolito.....	42
5.2.3 - Caracterização das Fases Piroxênicas.....	44
5.2.4 - Mecanismo de Ocorrência do Defeito.....	46
5.3 - Simulação do Defeito.....	47
5.3.1 - Análise Visual.....	47
5.3.2 - Distribuição do Tamanho de Partícula de Piroxênio no Substrato Cerâmico.....	49
5.3.3 - Quantidade de Partículas de Piroxênios no Substrato Cerâmico...	50
5.3.4 - Distribuição do Tamanho de Defeitos na Superfície Esmaltada....	51
5.3.5 - Quantidade de Defeitos na Superfície Esmaltada.....	53

5.4 - Análise do Risco de Falha para os Grupos de Simulação.....	53
5.4.1 - Grau de Ocorrência da Falha.....	53
5.4.2 - Grau de Severidade da Falha.....	55
5.4.3 - Grau de Detecção da Falha.....	57
5.4.4 - Classificação do Risco de Falha dos Grupos de Simulação.....	58
 CAPÍTULO 6- CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	 61
6.1 - Conclusões.....	61
6.2 - Propostas para Trabalhos Futuros.....	63
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	 64

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 2.1 Esquema composição de um produto cerâmico de revestimento e pavimento esmaltado.....	6
Figura 2.2 Processo de fabricação de produtos cerâmicos de revestimento e pavimento esmaltado [7].....	8
Figura 2.3 Esquema de uma instalação de atomização [7].....	10
Figura 2.4 Esquema de composição dos grânulos que constituem o pó atomizado cerâmico [9].....	11
Figura 2.5 Ciclo de prensagem [7].....	12
Figura 2.6 Curva de Sinterização - processo de monoqueima.....	15
Figura 2.7 Estrutura dos Feldspatos - sítio octaédrico [12].....	20
Figura 2.8 Estrutura dos Feldspatos - sítios tetraédricos [12].....	20
Figura 2.9 Estrutura dos Piroxênios - representação da cadeira tetraédrica: (a) sobre o plano (100); (b) ao longo do eixo z; ao longo do eixo y; (c) em perspectiva [12].....	22
Figura 4.1 Determinação do tamanho médio das partículas de piroxênios no substrato cerâmico.....	36
Figura 5.1 Superfície esmaltada de um produto defeituoso obtida por MEV.....	38
Figura 5.2 Seção transversal de um produto com defeito obtida por MEV.....	39
Figura 5.3 Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - produto industrial.....	39
Figura 5.4 Análise por EDX da partícula causadora do defeito.....	40
Figura 5.5 Análise por EDX da massa cerâmica.....	40
Figura 5.6 Micrografias de fragmentos de fonolito obtidas em MEV - a) ampliada, b) detalhe.....	40
Figura 5.7 Análise por EDX da fase 1.....	41
Figura 5.8 Análise por EDX da fase 2.....	41
Figura 5.9 Análise por EDX da fase 3.....	41

Figura 5.10	Análise por EDX da fase 4.....	41
Figura 5.11	Difratograma de raios X realizado no fonolito.....	43
Figura 5.12	Análise Térmica Diferencial (DTA) realizada no fonolito.....	44
Figura 5.13	Difratograma de raios X realizado nos piroxênios.....	45
Figura 5.14	Análise Térmica Diferencial (DTA) dos piroxênios.....	45
Figura 5.15	Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 1	47
Figura 5.16	Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 2.....	47
Figura 5.17	Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 3.....	48
Figura 5.18	Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 4.....	48
Figura 5.19	Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 5.....	48
Figura 5.20	Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 6.....	48
Figura 5.21	Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 1.....	49
Figura 5.22	Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 2.....	49
Figura 5.23	Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 3.....	49
Figura 5.24	Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 4.....	49
Figura 5.25	Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 5.....	50
Figura 5.26	Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 6.....	50
Figura 5.27	Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 1	51
Figura 5.28	Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 2.....	51
Figura 5.29	Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 3.....	52
Figura 5.30	Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 4.....	52

Figura 5.31	Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 5.	52
Figura 5.32	Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 6.....	52
Figura 5.33	Evolução do Grau de Ocorrência em função do tamanho médio de partícula - grupos de simulação.....	54
Figura 5.34	Evolução do Grau de Severidade em função do tamanho médio de partícula - grupos de simulação.....	56
Figura 5.35	Evolução do Grau de Detecção em função do tamanho médio de partícula - grupos de simulação.....	57
Figura 5.36	Evolução do Risco de Falha entre os grupos de simulação.....	59

LISTA DE TABELAS

	Página
Tabela 2.1	Classificação dos produtos cerâmicos tradicionais [7]..... 7
Tabela 2.2	Classificação dos grupos de absorção de água -E - ISO 10545..... 7
Tabela 2.3	Transformações físico/químicas de uma massa argilosa durante a sinterização [9]..... 16
Tabela 2.4	Classificação de qualidade dos produtos cerâmicos de pavimento..... 17
Tabela 2.5	Composição mineralógica do caulim [10]..... 19
Tabela 3.1	Critérios de Classificação de Defeitos em Produtos Cerâmicos [16].. 24
Tabela 3.2	Critérios para determinação do Grau de Ocorrência..... 27
Tabela 3.3	Critérios para determinação do Grau de Severidade..... 28
Tabela 3.4	Critérios para determinação do Grau de Detecção..... 29
Tabela 3.5	Critérios de classificação do Risco de Falha..... 30
Tabela 4.1	Granulometria das amostras utilizadas nas análises..... 32
Tabela 4.2	Faixas de tamanho de partícula de piroxênio utilizada na simulação do defeito..... 34
Tabela 4.3	Formulação da massa cerâmica, em peso..... 35
Tabela 5.1	Análise química do fonolito..... 42
Tabela 5.2	Dados estatísticos - distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico..... 50
Tabela 5.3	Número de partículas de piroxênios no substrato cerâmico - NP..... 51
Tabela 5.4	Dados estatísticos - distribuição do tamanho de defeito na superfície esmaltada..... 52
Tabela 5.5	Números de defeitos na superfície esmaltada - NP..... 53
Tabela 5.6	Graus de Ocorrência obtidos para os grupos de simulação..... 54
Tabela 5.7	Graus de Severidade da Falha obtidos para os grupos de simulação.. 55
Tabela 5.8	Grau de Detecção obtidos para os grupos de simulação 57
Tabela 5.9	Classificação do Risco de Falha para os grupos de simulação..... 58

RESUMO

Esse trabalho consiste no estudo e caracterização de um defeito identificado em produtos cerâmicos de pavimento esmaltado tipo grês, estando a sua ocorrência relacionada com a utilização do fonolito na formulação da massa cerâmica. A utilização do fonolito como matéria prima fundente é uma prática usual na indústria cerâmica brasileira devido a sua excelente característica de formação de fase líquida em temperaturas adequadas ao processo de monoqueima rápida.

O fonolito proveniente do município de Lages é um mineral composto por feldspatos, feldspatóides e piroxênios. O defeito é causado pelas partículas de piroxênios presentes no substrato cerâmico que encontram-se localizadas próximo da superfície esmaltada. O tamanho dessa partícula é um fator de grande influência na ocorrência e características do defeito.

A etapa industrial de peneiramento da barbotina foi selecionada como meio de controle do tamanho das partículas de piroxênios, e portanto do defeito. Através de simulação verificou-se a influência das malhas de peneiras sobre as características do defeito. A quantificação dessa influência é determinada através de metodologia baseada em FMEA- *Failure Mode and Effects Analysis*, tendo sido determinando o Risco de Falha para diversas malhas de peneiras comerciais.

ABSTRACT

This work consists of a study and characterization of an identified defect on ceramic products “gres” glazed tile. Its occurrence is related with the utilization of phonolite in the formulation of the ceramic mass. The usage of phonolite as ram material is an usual of practice in the brazilian ceramic industry because of its excellent characteristics of the liquid phase formation in adequate temperatures to the fast fired process.

The phonolite from Lages country is a mineral formed by feldspars, feldspathic structures and pyroxenes. The defect is caused by particles of pyroxenes present in the ceramic substract located near the glazed surface. The size of this particle is a factor of high influence in the occurrence and characteristics of the defect.

The industrial step of straining of slurry was selected as a mean of controlling the size of the pyroxenes particles, or in the other, the defect itself. Through simulation noted the influence of the sieves on the defect characteristics. The quantity of this influence is determined through the methodology based on FMEA- *Failure Mode and Effects Analysis*. This quantity of this influence is determined through the Failure Risk for each sieves studied.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 - Escopo

Atualmente, a competitividade de um produto está principalmente baseada nos critérios de qualidade e preço. Em consequência, as empresas concentram cada vez mais seus esforços no sentido de atingir a máxima qualidade e confiabilidade, tanto de seus produtos acabados como de seus processos de fabricação.

Nessa realidade encontram-se as empresas do setor de revestimento e pavimento cerâmico que, conscientes do benefício econômico resultante, utilizam cada vez mais métodos de controle de qualidade baseados na identificação, análise e solução de problemas. A caracterização e controle de defeitos que ocorrem na fabricação de produtos cerâmicos é uma das atividades importantes do Controle da Qualidade na indústria cerâmica.

Um grande número de trabalhos e dissertações de mestrado foram realizados no Laboratório de Materiais - Labmat - voltados ao estudo/otimização de características de produtos cerâmicos de revestimento ou de etapas do processo de fabricação desses produtos [1, 2, 3, 4].

O grande interesse por essa área se deve ao fato de que Santa Catarina é responsável por aproximadamente 60 % da produção nacional, e por 70 % das exportações de produtos cerâmicos de revestimento; sendo o Brasil o quarto maior produtor mundial desse produto [5].

O escopo da presente dissertação de mestrado está centrado no estudo e caracterização de um defeito que ocorre em produtos cerâmicos de pavimento esmaltados grês, estando sua ocorrência relacionada com a utilização do fonolito como matéria prima na formulação da massa cerâmica.

O fonolito é um mineral composto, basicamente, por feldspatos, podendo conter piroxênios, como é o caso do fonolito utilizado pelas empresas cerâmicas catarinenses. Este fonolito é proveniente do município de Lages, estado de Santa Catarina; estando a origem do defeito relacionado especificamente com os piroxênios presentes no fonolito.

Os piroxênios encontram-se no produto cerâmico como partículas com fina granulometria e aleatoriamente distribuídas pelo substrato cerâmico. Eventualmente, partículas de tamanho superior à faixa granulométrica normalmente encontrada na massa cerâmica industrial são encontradas no substrato cerâmico. Essas partículas de tamanho superior, quando localizadas na região superior do substrato cerâmico, próximo a superfície esmaltada, causam defeitos.

O tamanho da partícula causadora do defeito é uma variável que possui grande influência na ocorrência e na severidade do defeito, pois verifica-se a presença de partículas pequenas localizadas na região superior do substrato cerâmico que não causam defeitos.

Dentro do processo de fabricação, os estudos foram centrados na etapa de peneiramento da barbotina, através da qual é possível exercer controle sobre o tamanho da partícula de piroxênio presente na massa cerâmica.

Inicialmente, visando a aquisição de informações para uma melhor caracterização da origem do defeito, realizou-se um estudo mais aprofundado do fonolito e das fases piroxênicas.

A parte experimental desse trabalho contou com a colaboração da empresa Cerâmica Portobello S.A., onde foram realizados os experimentos em escala industrial. As demais atividades de análises mineralógica, térmica e microestrutural foram realizadas no Laboratório de Materiais - LABMAT do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC.

1.2 - Objetivos

O objetivo desse trabalho é a aquisição de informações que auxiliem no controle do defeito ocasionado pelo uso do fonolito na formulação da massa cerâmica.

Mais especificamente, visa-se determinar a influência que o tamanho das partículas de piroxênio presentes no substrato cerâmico possui sobre a ocorrência e características do defeito.

1.3 - Justificativas

A utilização do fonolito como matéria prima fundente é uma prática usual na indústria cerâmica brasileira devido a sua excelente característica de formação de fase líquida em temperaturas adequadas ao processo de monoqueima rápida.

A importância de estudos relacionados com a utilização do fonolito, proveniente do maciço alcalino de Lages, se deve a dois fatores principais: (i) o primeiro é a extensão da jazida, a qual possui aproximadamente 50 km² e, (ii) o segundo é a sua localização estratégica, próxima ao maior e mais importante complexo cerâmico brasileiro, região do município de Criciúma, estado de Santa Catarina.

1.4 - Metodologia

A metodologia utilizada para análise do defeito está baseada na FMEA - *Failure Mode and Effects Analysis* (Análise dos Tipos de Falhas e Efeitos). FMEA é uma técnica que visa assegurar que todas as possíveis falhas de um processo sejam consideradas e analisadas, objetivando sua eliminação.

A metodologia utilizada visa determinar a influência que as alterações no processo de peneiramento da barbotina, ou seja, alterações da malha da peneira utilizada, possuem sobre a qualidade do produto cerâmico acabado em relação ao defeito em estudo. Essa influência é verificada através da determinação dos Riscos de Falha para cada alteração estudada do processo de peneiramento.

Na determinação do Risco de Falha leva-se em consideração a frequência de Ocorrência, o grau de Severidade e a probabilidade de Detecção do defeito pelo controle de qualidade da empresa. Essa metodologia é composta por 7 etapas sendo elas:

1. Caracterização da Falha e dos Efeitos;
2. Determinação da Causa da Falha;
3. Simulação;

4. Determinação do Grau de Ocorrência da Falha;
5. Determinação do Grau de Severidade da Falha;
6. Determinação do Grau de Detecção da Falha;
7. Classificação do Risco de Falha.

1.5 - Limites do Trabalho

Nesse trabalho, centrou-se os estudos na influência do tamanho da partícula de piroxênio sobre a ocorrência e características do defeito, utilizando-se do processo de peneiramento da barbotina como meio de controle do tamanho dessas partículas na massa cerâmica.

O defeito ocorre devido a presença de partículas de piroxênios com tamanho superior a faixa granulométrica normalmente encontrada na massa cerâmica industrial. Pressupõe-se que a presença dessas partículas pode estar relacionada com algum desvio nos parâmetros do processo produtivo, ou mesmo com variações de formação da jazida de fonolito.

Nesse trabalho não se procurou identificar a origem das partículas de piroxênios causadoras de defeito, sendo esse um outro trabalho de investigação e análise. Enfocou-se apenas o controle granulométrico dessas partículas através de peneiramento, visando obter informações que auxiliassem o corpo técnico da empresa na tomada de decisões.

1.6 - Estrutura do Trabalho

A presente dissertação de mestrado está estruturada em 6 capítulos. No segundo capítulo - O Produto Cerâmico de Pavimento- é apresentada uma revisão bibliográfica abrangendo as características do produto cerâmico de pavimento, seu processo de fabricação e as matérias primas utilizadas na formulação da massa cerâmica. Devido ao fato da origem do defeito em estudo estar relacionada com a utilização do fonolito como matéria prima, este será apresentado de maneira mais aprofundada.

No terceiro capítulo - Metodologia - é apresentada a metodologia utilizada na análise do defeito, abrangendo cada etapa da metodologia e seus objetivos. Neste capítulo abrange-se também o estudo de defeitos em produtos cerâmicos enfocando critérios de classificação de defeitos em produtos cerâmicos.

No quarto capítulo - Procedimentos Experimentais - estão apresentadas as técnicas de análise e métodos utilizados no estudo e caracterização do defeito e na caracterização da matéria prima fonolito. Apresenta-se também os procedimentos utilizados na preparação das amostras.

No quinto capítulo - Resultados e Discussões - são apresentadas as informações e resultados obtidos na execução de cada etapa da metodologia utilizada para análise do defeito. Nesse capítulo são apresentados os resultados parciais das análises descritas no Capítulo 4.

No sexto capítulo - Conclusões e Sugestões - são apresentadas as conclusões do trabalho, enfocando as principais informações geradas, bem como as sugestões para trabalhos futuros.

O PRODUTO CERÂMICO DE PAVIMENTO

2.1 - O Produto Cerâmico de Pavimento Esmaltado Tipo Grês

Os produtos cerâmicos de revestimento e pavimento esmaltados são peças constituídas por um suporte cerâmico, de natureza argilosa, recobertos por um revestimento vítreo impermeável, denominado esmalte. Entre o substrato cerâmico e a camada de esmalte há uma camada de um material de características intermediárias, denominado de engobe. O engobe tem como função proporcionar uma interface que favoreça a aderência do esmalte no substrato (figura 2.1).

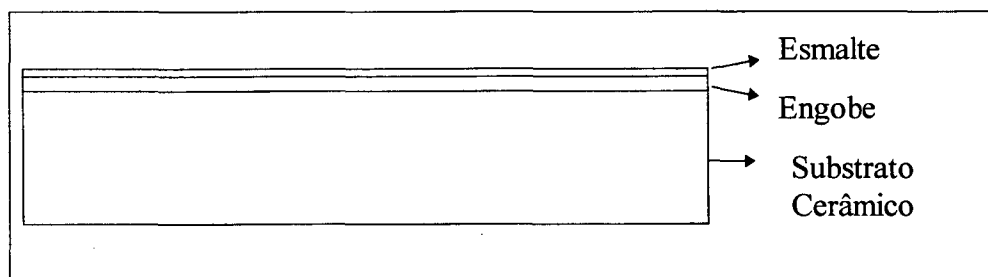


Figura 2. 1 - Esquema de composição de um produto cerâmico de revestimento e pavimento esmaltado.

Uma das principais características técnicas desses produtos cerâmicos é a sua porosidade. A porosidade do produto cerâmico acabado é utilizada para classificação do tipo de produto, bem como para a definição de suas aplicações (tabela 2.1).

Os produtos cerâmicos de revestimento são normalmente porosos, favorecendo sua aderência na parede, ao contrário dos produtos de pavimento que apresentam baixa porosidade, proporcionam-lhes melhores características técnicas, como Resistência Mecânica e Resistência ao Gelo [6].

Tabela 2.1 - Classificação dos produtos cerâmicos tradicionais [7].

POROSO	Não esmaltado	Colorido	Tijolos Telhas Refratários
		Branco	Louça técnica
	Esmaltado	Colorido	Azulejo
		Branco	Louça Azulejo
BAIXA POROSIDADE	Não esmaltado	Colorido	Grês porcelanato
		Branco	Porcelana técnica
	Esmaltado	Colorido	Grês industrial Grês fino (Doméstico, de arte)
		Branco	Porcelana

Um produto cerâmico de pavimento recebe a denominação “grês” quando este possui uma porosidade tal que lhe confere uma absorção de água - $E < 3\%$, estando a classificação dos grupos de absorção da norma ISO 10545 apresentados na tabela 2.2 [8].

Tabela 2.2 - Classificação dos grupos de absorção de água -E - ISO 10545.

Grupos de Absorção	Absorção de água
Grupo Ia	$< 0,5 \%$
Grupo Ib	$0,5 < E < 3 \%$
Grupo IIa	$3 \% < E < 6 \%$
Grupo IIb	$6 \% < E < 10 \%$
Grupo III	$E > 10 \%$

O processo de prensagem da massa cerâmica e o de sinterização são, dentro do processo produtivo, aqueles que possuem maior influência sobre a densificação do substrato cerâmico, ou seja, sobre a obtenção de baixa porosidade.

Além das características de absorção de água, resistência mecânica e resistência ao congelamento, a qualidade de um produto cerâmico de pavimento é verificada também através das características de resistência à abrasão da superfície esmaltada, resistência ao ataque químico e ao manchamento, repetibilidade de características dimensionais, qualidade superficial, entre outras.

Os métodos de ensaio para verificação das características dos produtos cerâmicos de revestimento e pavimento estão normalizados pela norma ISO 10545 [8].

2.2 - Processo de Fabricação do Produto Cerâmico de Pavimento

O processo para fabricação de produtos cerâmicos de pavimento mais utilizado pelas indústrias cerâmicas brasileiras está esquematizado na figura 2.2.

As principais funções e características das etapas do processo de fabricação do produto cerâmico esmaltado estão apresentadas a seguir.

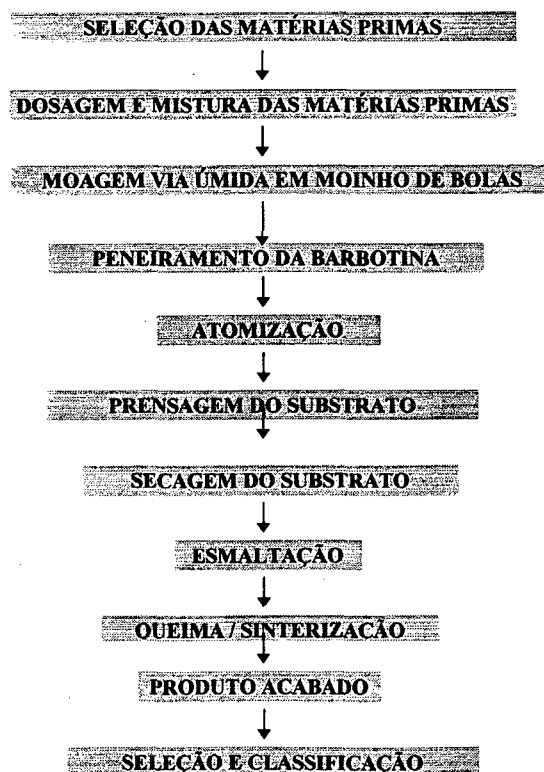


Figura 2.2 - Processo de fabricação de produtos cerâmicos de revestimento e pavimento esmaltado [7].

Seleção das Matérias Primas

A seleção das matérias primas, para fabricação do produto cerâmico, é feita de acordo com a aplicação do produto, ou seja, com as características de desempenho exigidas do produto em sua utilização. Além disso, considera-se os fatores de homogeneidade, preço, condições de disponibilidade das matérias primas existentes e sua adequação às características e limitações tecnológicas do processo de fabricação.

Dosagem e Mistura das Matérias Primas Cerâmicas

Na etapa de dosagem das matérias primas defini-se a composição da massa cerâmica, visando a obtenção de homogeneidade e estabilidade dessa composição. As principais variáveis de controle dessa etapa são: o controle das impurezas, a umidade das matérias primas e a granulometria adequada ao início do processo de moagem.

Moagem

O processo de moagem consiste na redução da granulometria das matérias primas visando uma maior reatividade durante a sinterização, através do aumento das superfícies de contato entre os materiais. Obtém-se ainda a minimização dos efeitos das impurezas presentes nas matérias primas.

O processo de moagem da massa cerâmica pode ser feito por duas técnicas: via úmida e via seca, sendo no Brasil mais comum a utilização da primeira técnica utilizando moinho de bolas. As vantagens da moagem via úmida sobre o processo via seca são a obtenção de maior homogeneização dos componentes, menor granulometria de partículas, melhores propriedades reológicas do pó obtido e melhor controle das variáveis de processamento. Em contrapartida, no processo via úmida, o investimento em equipamentos e o custo de produção são superiores.

O produto obtido do processo de moagem via úmida é chamado de barbotina, sendo composta pelas matérias primas moídas e água (40 a 50 %) [7]. As variáveis de controle dessa etapa do processo são: o tamanho granulométrico de entrada e saída do material, a umidade das matérias primas no início do processo, a taxa de moabilidade das matérias primas, o conteúdo de sólidos e a viscosidade da barbotina.

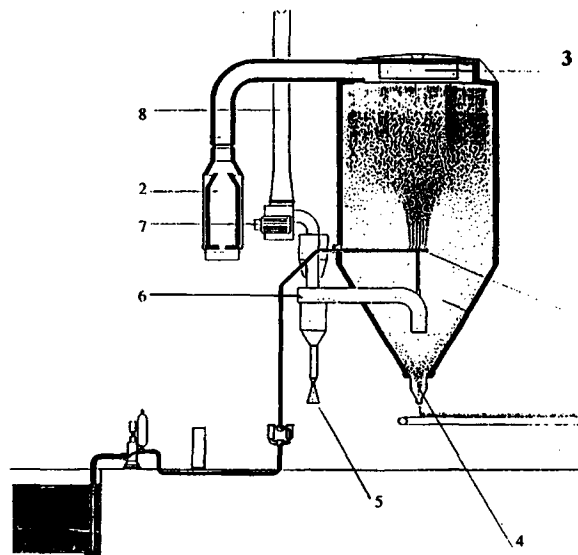
Peneiramento da Barbotina

O objetivo dessa etapa é controlar o tamanho das partículas que constituem a barbotina, sendo realizada por separação mecânica. A presença de partículas de grande granulometria na massa cerâmica diminui a reatividade do material no processo de sinterização, podendo ainda gerar falhas no produto cerâmico devido a não homogeneidade da composição.

Normalmente as empresas cerâmicas realizam esse controle com peneiras vibratórias utilizando malha de abertura que varia entre 180 μm (80 mesh), 125 μm (120 mesh) ou 105 μm (150 mesh).

Preparação para Conformação da Peça - Atomização

A etapa de atomização consiste da pulverização da barbotina no sentido contrário de um fluxo de ar quente, sendo retirada grande parte da água que a constitui. Esse processo é realizado em atomizadores, conforme esquematizado na figura 2.3.



- | | |
|---|---|
| (1) Sistema de pulverização da barbotina. | (5) Válvula de descarga dos particulados finos. |
| (2) Gerador de ar quente. | (6) Ciclones separadores. |
| (3) Distribuidor de ar quente. | (7) Ventilador. |
| (4) Válvula de descarga dos grânulos. | (8) Saída da chaminé |

Figura 2.3 - Esquema de uma instalação de atomização [7].

O objetivo da atomização é a transformação da barbotina em um pó com características tecnológicas de fluidez, densidade aparente e compactabilidade adequadas ao processo de prensagem do substrato cerâmico. O pó atomizado é composto por grânulos conforme esquematizado na figura 2.4.

Aglomerado é o termo que se utiliza para uma pequena massa de material com uma rede de poros interconectados em seu interior. Este é composto por partículas primárias enlaçadas por forças superficiais e/ou pontes sólidas. Grânulo é o termo utilizado, na área de cerâmica, para os aglomerados que se formam intencionalmente mediante a adição de algum agente de granulação, como é o caso do pó cerâmico atomizado [9].

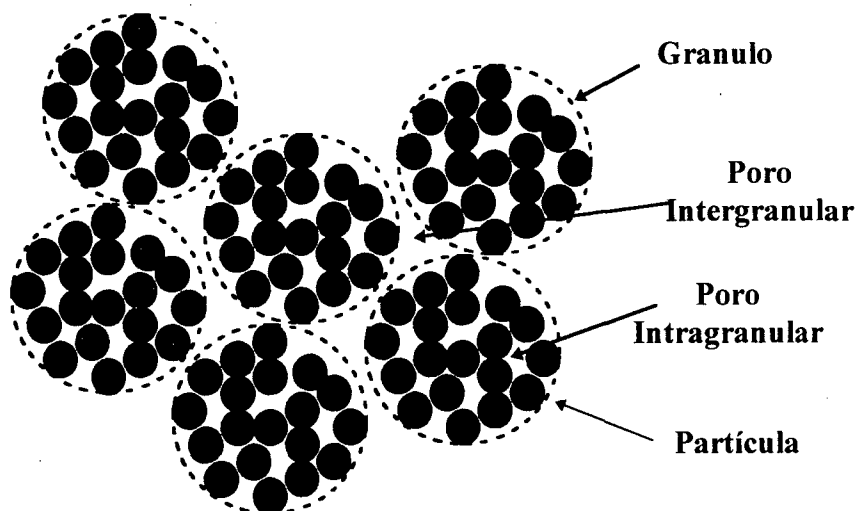


Figura 2.4 - Esquema de composição dos grânulos que constituem o pó atomizado cerâmico [9].

As principais características do pó atomizado que influenciam nas propriedades tecnológicas citadas são:

- Propriedades das partículas (natureza, tamanho, distribuição, morfologia);
- Características dos grânulos (tamanho, distribuição, morfologia);
- Aditivos de prensagem como umidade, ligantes, plastificantes, e outros.

As variáveis de controle dessa etapa do processo são a distribuição granulométrica dos grânulos, umidade e fluidez do pó obtido; sendo imposto pelas etapas subseqüentes do processo produtivo a necessidade de um estreito intervalo de variação de umidade e uma distribuição granulométrica bem definida.

Prensagem do Substrato Cerâmico

O processo de prensagem consiste da conformação mecânica do pó atomizado, obtendo o substrato cerâmico. No processo de prensagem realiza-se três operações simultaneamente, sendo elas:

- Conformação da massa cerâmica, fornecendo-lhe forma e dimensões definidas.
- Compactação da massa cerâmica, através de deformação, proporciona consistência suficiente para resistir aos esforços mecânicos dos processos subseqüentes, denominada resistência mecânica a verde.
- Redução de vazios, eliminando os vazios existentes entre as partículas que constituem a massa cerâmica.

O processo de prensagem da massa cerâmica consiste de duas compactações subseqüentes, como apresentado na figura 2.5. O objetivo da etapa de desareação é permitir a saída do ar, proveniente dos poros intergranulares e intragranulares, obtendo assim um prensado com maior densidade aparente.

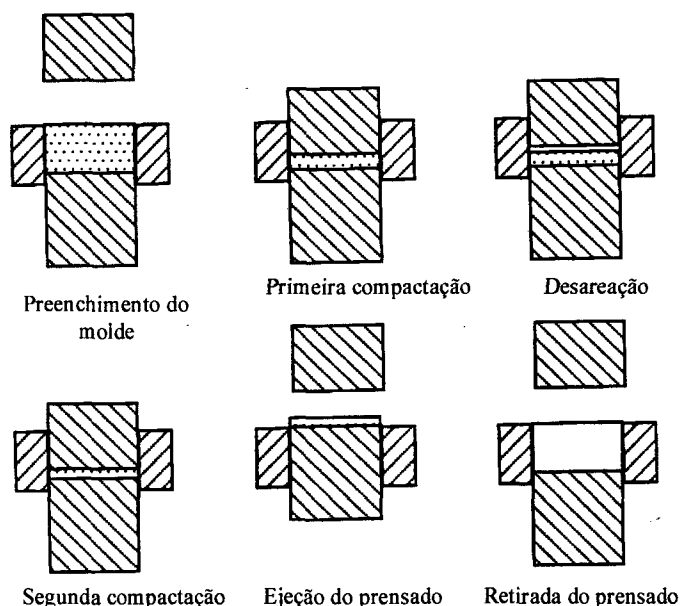


Figura 2.5 - Ciclo de prensagem [7].

Do processo de prensagem, visa-se a obtenção de alta e homogênea densidade aparente a verde no prensado, que influenciará na obtenção de uma baixa porosidade do produto acabado. Utiliza-se para tanto matérias primas plásticas na formulação na massa cerâmica, alta pressão de

compactação e pó atomizado com características que proporcionem bom empacotamento.

As variáveis de controle mais importantes nessa etapa do processo são a densidade aparente a verde e a umidade do prensado.

Secagem do Prensado

A etapa de secagem do prensado consiste na diminuição da umidade presente no prensado, realizada através de aquecimento. O objetivo dessa etapa é obter o aumento da resistência mecânica e maior homogeneidade de temperatura do prensado auxiliando na etapa de esmaltação.

A diminuição da umidade presente no prensado é importante para a etapa de sinterização, pois, devido às altas taxas de aquecimento utilizadas industrialmente, e consequentemente a rápida expansão da água presente nas peças cerâmicas, esta pode sofrer danos que afetem sua integridade.

A água presente no prensado é proveniente em parte de etapas do processo de fabricação anteriores, e em outra da água de constituição das matérias primas.

A ausência de homogeneidade, freqüente na massa cerâmica, exerce influência sobre a eliminação da água, provocando contrações em pontos distintos do prensado e consequentemente a formação de fissuras. A criticidade dessa etapa do processo faz com que haja necessidade de um efetivo monitoramento das variáveis de controle mais importantes, sendo elas: permeabilidade e umidade do prensado, e umidade e temperatura do ar.

Esmaltação

- processo de esmaltação consiste no recobrimento do substrato cerâmico com as camadas de engobe e esmalte, proporcionando a decoração das peças e conferindo-lhe propriedades superficiais. O esmalte, antes de sinterizado, é uma mistura de materiais finamente dispersos que com a sinterização, funde formando uma massa vítrea impermeável. O engobe é composto basicamente pelos mesmos componentes do esmalte, apresentando porém características mais refratárias.

As funções mais importantes da superfície esmaltada são:

- Melhorar o aspecto estético da peça cerâmica;
- Impermeabilizar o suporte cerâmico, facilitando a limpeza e melhorando as características higiênicas;
- Proteger o suporte cerâmico contra o deterioramento.

A preparação do esmalte e engobe é composta das seguintes etapas:

- Dosagem e mistura das matérias primas;
- Moagem - realizada em moinho de bolas, via úmida;
- Armazenamento - realizada em tanques de homogeneização de alta capacidade, no qual há a mistura de cargas de moinhos distintas, minimizando possíveis variações de moagem;
- Transporte - normalmente realizado em vascas, recipientes com capacidade de aproximadamente 200 litros, com agitação constante visando manter a homogeneidade do esmalte;
- Controles - as características do esmalte controladas são densidade, viscosidade e tixotropia.

A aplicação do esmalte sobre o suporte cerâmico pode ser efetuado mediante cortina ou pulverização, sendo selecionado o método conforme o peso de aplicação, relacionada com a espessura da camada desejada, efeitos decorativos desejados, entre outros. A aplicação do engobe é normalmente feita mediante cortina.

Sinterização

A sinterização é a etapa do processo de fabricação mais importante, na qual ocorrem modificações fundamentais nas propriedades do produto cerâmico, tornando-o um material duro e resistente. Para tanto utiliza-se da formação de fase vítrea, que penetra nos poros inerentes do processo de prensagem, proporcionando a densificação do substrato.

A sinterização, ou queima, do produto cerâmico pode ser feita de duas maneiras distintas, por monoqueima ou biqueima. Na monoqueima, substrato cerâmico e esmalte sinterizam simultaneamente, enquanto que no processo de biqueima primeiro é feita a sinterização do substrato, e na segunda etapa é feita a sinterização do esmalte.

As duas técnicas não se diferenciam apenas pelo número de sinterizações, mas também pelas tecnologias de processo distintas. A seleção das matérias primas utilizadas na formulação da massa cerâmica e do esmalte, bem como operações básicas e parâmetros de processo, são diferentes para as duas técnicas.

O processo de sinterização consiste do aquecimento, segundo um plano pré estabelecido, a permanência das peças a altas temperaturas, seguido de um resfriamento também preestabelecido. Esse plano de sinterização é chamado de curva de sinterização.

O processo de monoqueima é realizado em forno contínuo de rolos, sendo apresentado na figura 2.6 uma curva de sinterização característica desse tipo de processo.

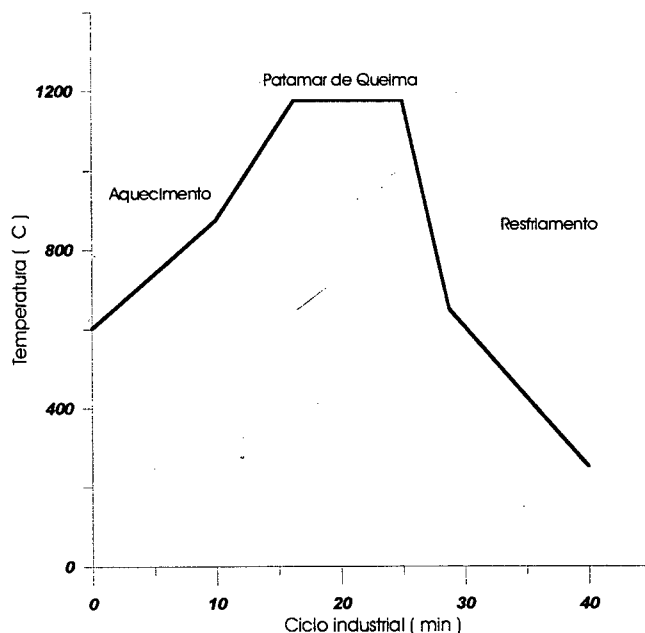


Figura 2.6 - Curva de sinterização - processo de monoqueima.

Durante o processo de sinterização ocorrem diversas transformações físicas como dilatação térmica, densificação, fusão e transformações alotrópicas; e ainda transformações químicas como reações de decomposição, reações de desidratação e combustão de matéria orgânica (tabela 2.3)

Tabela 2.3 - Transformações físico/químicas de uma massa argilosa durante a sinterização [9].

Temperatura (°C)	Transformações
< 200	<ul style="list-style-type: none">• Eliminação de água livre absorvida
	<ul style="list-style-type: none">• Combustão de matéria orgânica• Decomposição de hidróxidos
300 a 650	<ul style="list-style-type: none">• Desidrolização de minerais argilosos• Eliminação de água de constituição
573	<ul style="list-style-type: none">• Transformação alotrópica do quartzo ($\alpha \rightarrow \beta$)• Decomposição de carbonatos de cálcio e magnésio
800 a 950	<ul style="list-style-type: none">• Combustão de restos carbonosos• Formação de fases cristalinas• Formação de fases vítreas
> 1100	<ul style="list-style-type: none">• Decomposição de sulfatos• Incremento de fases vítreas

Seleção e Classificação

A etapa de classificação dos produtos cerâmicos é feita através de inspeção 100 % no final da linha de produção, sendo realizada por um especialista devidamente treinado para tal atividade.

O objetivo dessa etapa é o de verificar, nas peças cerâmicas, alterações que afetem a qualidade do produto cerâmico. As alterações mais comuns identificadas são variações de tonalidade e alterações na superfície esmaltada, ou seja, defeitos, como manchas, furos, gretas, e outros.

Nessa avaliação, baseando-se pela severidade da alteração e sua ocorrência, ou seja, quantidade de alterações em uma peça, o especialista realiza a classificação.

Os critérios utilizados pelo especialista na classificação dos produtos cerâmicos é feita baseando-se na viabilidade de utilização do produto com defeito, e na capacidade da alteração ser identificada segundas condições padronizadas de análise visual.

Essa análise visual é feita em um painel com 300 Lux de luminosidade, onde são colocados produtos defeituosos misturados a produtos de classificação extra, cobrindo uma área de 1 m A classificação do nível de qualidade da peça cerâmica é feita conforme a distância entre o observador e o painel, com a qual é possível identificar quais são as peças defeituosas.

Os critérios de classificação utilizados, bem como os valores relativos de venda das classes, estão apresentados na tabela 2.4.

Tabela 2.4 - Classificações de qualidade dos produtos cerâmicos de pavimento.

Classificação	Tipo de Produto	Condição de visualização	Valor relativo
		(distância entre observador e painel) [m]	de venda [%]
Extra	Primeira Linha	≤ 1	100
Comercial	Segunda Linha	de 2 a 3	70
Refugo	Produto Defeituoso	de 3 a 5	25
Caco	Produto Quebrado	> 5	< 5

Após a classificação é feita a seleção dos produtos, sendo essa atividade automatizada nas grandes empresas cerâmicas. Essa etapa consiste na seleção dos produtos conforme suas dimensões.

Os produtos são selecionados conforme faixas de dimensões, denominadas de calibres. A receptibilidade das dimensões dos produtos cerâmicos em uma mesma caixa é importante pois grandes variações dimensionais influenciam negativamente na estética e em seu assentamento.

2.3 - Matérias Primas Utilizadas na Formulação da Massa Cerâmica

A massa cerâmica é constituída por uma mistura de matérias primas plásticas e não plásticas, visando obter características tais que proporcionem adequação ao processo de fabricação do produto cerâmico de pavimento.

As matérias primas plásticas são introduzidas na massa cerâmica com o objetivo de auxiliar no processo de conformação, ou seja, na prensagem do substrato, pois a plasticidade é a propriedade que capacita um material a modificar permanentemente sua forma sem que haja ruptura, quando aplicada uma força externa.

Algumas matérias primas não plásticas são introduzidas visando a formação de fase vítrea durante o processo de sinterização, obtendo assim maior densificação do substrato cerâmico.

As matérias primas plásticas, utilizadas na fabricação dos produtos cerâmicos de pavimento, são fundamentalmente mistura de minerais argilosos (argilas, caulins, etc.) e as não plásticas são os feldspatos e diferentes minerais de baixa plasticidade.

Argilas

Entende-se por argila um produto natural, formado por uma mistura de minerais argilosos como caulinita e clorita, com outros minerais não argilosos como o quartzo, carbonatos feldspatos e outros. As propriedades de uma argila estão fortemente relacionadas com a variedade e quantidade de seus componentes [10].

- comportamento plástico não se apresenta em qualquer estado da argila, estando essa propriedade relacionada com a quantidade de água presente. Uma argila, dentro de certos limites de umidade, apresenta um comportamento plástico. Outros três fatores básicos que influenciam na plasticidade das argilas são sua composição mineralógica, tamanho de partícula e conteúdo de matérias orgânicas.

Caulim

Os caulins são argilas de alto conteúdo de caulinita, tendo como características baixa plasticidade, coloração branca após a sinterização e alta refratariedade.

Esse material recém extraído da jazida possui um alto conteúdo de sílica e uma granulometria grosseira. Quando lavado, sua composição mineralógica é alterada, apresentando a caulinita como mineral argiloso predominante, bem como a presença de outros minerais (tabela 2.5).

Tabela 2.5 - Composição mineralógica do caulim [10].

	Quartzo	Feldspatos	Caulinita	Micas(Ilita)
	(%)	(%)	(%)	(%)
Caulim bruto	80	5	10	5
Caulim lavado	25	5	50	20

Quartzo

O quartzo é a forma cristalina predominante da sílica (SiO_2), sendo adicionada como matéria prima na forma de areia quartzítica com fina granulometria, tendo sua adição influência na diminuição da plasticidade da composição e no aumento do coeficiente de dilatação.

As argilas utilizadas na fabricação de produtos cerâmicos possuem um elevado teor de sílica livre (aproximadamente 20%), tornando desnecessária a adição de quartzo em grandes proporções.

Talco

O talco é um silicato de magnésio que se apresenta com frequência associado à impurezas como ferro, cálcio e óxidos alcalinos, sendo seu principal constituinte o silício.

O talco é adicionado à massa cerâmica com o objetivo de aumentar a resistência aos ácidos e diminuir a expansão por umidade do substrato cerâmico.

Feldspatos

A característica mais importante dos feldspatos, do ponto de vista industrial, é a sua fusibilidade no processo de sinterização, estando as características desse mineral apresentadas no item 2.4 desse capítulo.

2.4 - Fonolito

No Brasil, os feldspatos são introduzidos na massa cerâmica através da utilização do fonolito. O fonolito é um mineral composto basicamente por feldspatos, podendo conter piroxênios, como é o caso do fonolito existente na região do município de Lages.

Feldspatos e feldspatóides

Os feldspatos são minerais encontrados em 60% da crosta terrestre, sendo divididos nos grupos de alcalinos (grupo A), ricos em K^+ e Na^+ , e plagioclásios (grupo B), ricos em Na^+ e Ca^{2+} . Atualmente engloba-se em um terceiro grupo os feldspatos que contém K^+ , Na^+ e Ca^{2+} (grupo C).

Os feldspatos são representados pela fórmula $W(ZO_2)_4$, onde W é um cátion de Na^+ , K^+ e Ca^{2+} , os quais possuem raio iônico grande o suficiente para preencher os sítios octaédricos e neutralizar as cargas negativas do máximo de oxigênios (figura 2.7), e Z-O são os sítios tetraédricos (figura 2.8), onde Z é Si^{4+} ou Al^{3+} . Para haver um balanceamento de cargas, um ou dois dos quatro sítios tetraédricos, podem estar preenchidos com um Al^{3+} , logo, os outros dois ou três sítios tetraédricos, respectivamente, tem que estar preenchidos com Si.

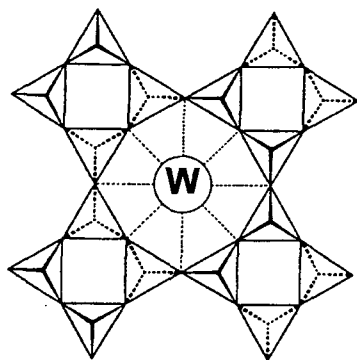


Figura 2.7 - Estrutura dos feldspatos - Sítio octaédrico [11].

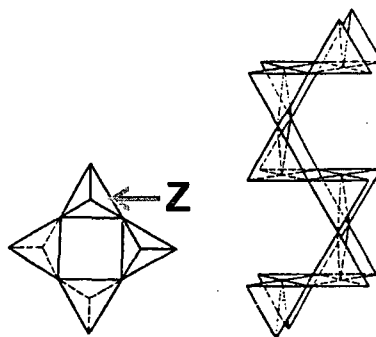


Figura 2.8 - Estrutura dos feldspatos - Sítios tetraédricos [11].

No caso dos alcalinos, K^+ e Na^+ , que são monovalentes, ocorre apenas a presença de um sítio com Al^{3+} , formando uma unidade $K(AlO_2)(SiO_2)_3$ - ortoclásio e $Na(AlO_2)(SiO_2)_3$ - albita. Enquanto que, para o Ca^{2+} , que é bivalente, ocorre duas substituições, formando $Ca(AlO_2)_2(SiO_2)_2$ - anortita.

O tamanho do cátion W influencia a estrutura do ponto de vista de simetria e balanceamento de carga elétrica. No caso do feldspato do grupo A, onde K^+ tem raio iônico grande ($r = 1,4 \text{ \AA}$), ocorre uma assimetria com relação ao sítio de Al^{3+} , além deste cátion poder ser substituído por outros cátions menores. No caso de feldspatos do grupo B, onde Na^+ é um pouco menor ($r = 1 \text{ \AA}$) e não distorce o interstício dos tetraedros, a simetria é mantida com mais facilidade. O cátion Ca^{2+} ($r = 1 \text{ \AA}$), por ser bivalente, aceita duas substituições de Si^{4+} , formando a anortita. Entre a albita e a anortita existe uma solução sólida ao longo de toda a linha do diagrama binário, formando os plagioclásios, enquanto que entre o ortoclásio e a anortita a solubilidade é limitada a baixas concentrações [11].

Os feldspatos são caracterizados por não apresentarem um ponto definido de temperatura de fusão, mas sim um intervalo de temperatura, normalmente compreendido entre 1140°C e 1280°C . Suas propriedades físicas são influenciadas diretamente pelo teor de Na_2O , K_2O e CaO [12]. Esses teores não são constantes, pois em várias jazidas encontra-se valores diferentes de alcalinos e alcalinos terrosos, além de solução sólida entre os vários feldspatos [13].

Como produto da dissociação do feldspato temos kaolinita, sílica e carbonatos. A kaolinita transforma-se em meta-kaolinita, que por sua vez, pode formar mulita e sílica. Durante o processo de sinterização a matriz silicática, rica em óxidos fundentes, forma um líquido viscoso que preenche a porosidade inerente ao processo de fabricação, provocando uma densificação com diminuição do volume total do produto cerâmico. Durante o resfriamento, este líquido não recristaliza completamente, dando origem a uma fase vítrea. A quantidade de fase vítrea formada depende de parâmetros de processo, tais como a taxa de resfriamento, e propriedades do líquido, como por exemplo a viscosidade [14].

Os feldspatóides são minerais com fórmula $W(SiAlO_4)$, onde o W é um cátion de Na^+ ou K^+ . Observa-se que o feldspatóide possui uma relação Si : Al de 1:1, enquanto no feldspato esta relação é 3:1. Esta carência de Si^{4+} na estrutura é responsável pela sua característica fortemente fundente durante o processo de sinterização.

Piroxênios

Os piroxênios são grupos minerais que contém ferro e/ou magnésio em sua estrutura e sua ocorrência está comumente associada aos feldspatos plagioclássicos. Os piroxênios possuem uma estrutura rígida, representada pela fórmula $W_1W_2Z_2O_6$, onde Z é o sítio tetraédrico, ocupado principalmente pelo Si.

W1 é o sítio octaédrico mais regular ocupado por cátions menores como Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} e Ti. Este sítio está situado entre duas cadeias de modo que seus extremos estejam ligados com os oxigênios não ponte. W2 é o sítio octaédrico menos regular que hospeda cátions maiores como Ca^{2+} , Na^+ , Fe^{2+} , Mg^{2+} e Mn^{2+} .

A coordenação do sítio octaédrico depende do tamanho do cátion, de modo que a estrutura se aproxima de um octaedro quando a ocupação é feita por Fe^{2+} e Mg^{2+} , e distancia-se desta forma quando a ocupação é feita por Ca^{2+} e Na^+ ; sendo que, neste último caso, os cátions podem-se ligar aos oxigênios ponte e causar distorção na estrutura.

As figuras 2.9 (a), (b) e (c) mostram o eixo “z” onde se pode visualizar que os tetraedros (sítios da sílica) formam um zig zag, de modo a comportar W1 e W2 na sua parte externa, com coordenação octaédrica. A figura 2.9 (c) mostra esta cadeia zig zag em perspectiva sobre o plano (100), que é o eixo “z”, onde se pode verificar que os oxigênios O1 e O2 são não ponte e o oxigênio O3 é ponte.

Os piroxênios podem ser divididos em vários grupos, dependendo da substituição existente nos sítios W1 e W2. A augita é um piroxênio com Mg^{2+} e Fe^{2+} em W1 e Ca^{2+} em W2, enquanto a aegerina é rica em Na^+ - $NaFe^{3+}Si_2O_6$ - e entre as duas existe uma série completa de solução sólida, representada por membros de composição intermediária [15]. A ocorrência de piroxênios é comumente associada aos feldspatos plagioclássicos.

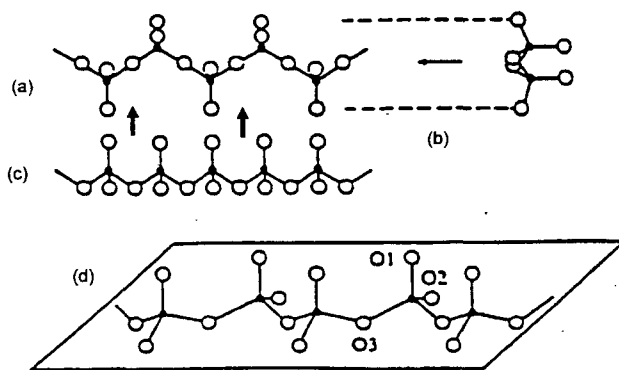


Figura 2.9 - Estrutura dos piroxênios - representação da cadeia tetraédrica: (a) sobre o plano (100); (b) ao longo do eixo z; ao longo do eixo y; (c) em perspectiva [11].

Nesse capítulo estão apresentadas as metodologias de classificação e de análise do defeito utilizadas nesse trabalho.

A metodologia de análise do defeito é baseada na técnica FMEA - *Failure Mode and Effects Analysis* [16, 17, 18]. De uma forma ampla, a metodologia utilizada visa determinar a influência que as alterações no processo de peneiramento da barbotina, possuem sobre a qualidade do produto cerâmico acabado em relação ao defeito em estudo. Essa influência é verificada através da determinação dos Riscos de Falha para cada alteração estudada do processo.

Na determinação do Risco de Falha leva-se em consideração a frequência de Ocorrência, o grau de Severidade e a probabilidade de Detecção do defeito pelo controle de qualidade da empresa. A metodologia utilizada é composta por 7 etapas, estando essas apresentadas a seguir.

3.1 - Classificação de Defeitos em Produtos Cerâmicos

O conhecimento da origem dos defeitos encontrados nos produtos de revestimento cerâmico é de fundamental importância na indústria cerâmica para a obtenção de produtos de qualidade. A falta um efetivo controle do processo de fabricação, e portanto a ocorrência de defeitos nos produtos cerâmicos, acarretam perdas substanciais às empresas cerâmicas.

A crescente integração entre indústria e universidade tem contribuído para a sistematização dessa atividade por parte da indústria cerâmica; pois para tanto são necessárias técnicas sofisticadas de análise, como microscopia eletrônica, difratometria de raios X, entre outras, para as quais a universidade está capacitada a realizar.

Existe uma grande variedade de defeitos que ocorrem nos produtos cerâmicos, e a complexibilidade dos estudos nessa área se deve ao fato de que a origem de um defeito pode estar relacionada com diversos parâmetros e etapas do processo produtivo [19, 20].

A classificação de defeitos é feita segundo sua origem dentro do processo produtivo facilitando a identificação das variáveis envolvidas e das características de sua ocorrência na produção. Os critérios de classificação utilizados estão apresentados na tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Critérios de Classificação de Defeitos em Produtos Cerâmicos [21].

Critérios	Classificação
Origem do defeito dentro do processo produtivo	<p>Etapa ou variável do processo produtivo relacionada com o surgimento do defeito:</p> <ul style="list-style-type: none">• Defeitos associados à matéria prima;• Defeitos associados à composição e preparação da massa;• Defeitos de prensagem;• Defeitos de secagem;• Defeitos de formulação e preparação do esmalte;• Defeitos de esmaltação;• Defeitos de sinterização.
Freqüência	É a assiduidade com que o defeito é identificado no processo produtivo.
Amplitude	É a incidência do defeito, ou seja, qual a fração da produção por ele afetada.
Intensidade	Representa a gravidade do defeito, sendo verificado em função da perda do valor do produto devido a ocorrência do defeito.

O conhecimento das etapas do processo produtivo e parâmetros envolvidos no surgimento de um defeito facilita um controle dinâmico do processo, pois agiliza as ações corretivas necessárias para solução do problema.

Os critérios de freqüência, amplitude e intensidade são importantes na quantificação relativa de um defeito, auxiliando na priorização das ações a serem tomadas.

3.2 - Metodologia de Análise do Defeito

3.2.1 - Caracterização da Falha e de seus Efeitos

A caracterização da falha e de seus efeitos consistiu em uma atividade de observação e análise do defeito, de seu histórico na produção, e das conseqüências que os efeitos por ele causados acarretam ao produto cerâmico.

Nessa etapa realizou-se a classificação do defeito conforme critérios apresentados na tabela 3.1, e a aquisição de informações sobre o defeito e suas características, que auxiliaram na estruturação do trabalho, bem como na seleção das variáveis utilizadas no estudo do defeito.

A caracterização do defeito e os efeitos que esse causa ao produto cerâmico estão apresentados no item 5.1.

3.2.2 - Determinação da Causa da Falha

Nessa etapa determinou-se a origem do defeito, relacionando sua ocorrência com a utilização do fonolito como matéria prima na formulação da massa cerâmica. Visando a caracterização das fases piroxênicas causadoras do defeito, realizou-se um estudo mais aprofundado do fonolito e das fases que o constitui.

Os resultados obtidos das análises realizadas nessa etapa estão apresentados nos itens 5.2.

3.2.3 - Simulação

Utilizou-se a simulação do defeito como meio de determinar a influência do tamanho da partícula de piroxênio nas características do defeito, fornecendo informações para a determinação do Risco de Falha.

A simulação do defeito iniciou com a confecção de amostras de produtos cerâmicos, contendo em seu substrato partículas de piroxênios de granulometria conhecida. Para isto, utilizou-se faixas granulométricas obtidas por peneiras comerciais utilizadas pelas empresas cerâmicas em diversas atividades.

As amostras de produtos cerâmicos foram confeccionadas com as características dos produtos nos quais a intensidade do defeito é crítica, procurando não se distanciar dos parâmetros de processo utilizados industrialmente.

Os procedimentos utilizados na confecção das amostras estão apresentados no item 4.4, e

os resultados obtidos da simulação do defeito apresentados no item 5.3.

3.2.4 - Determinação do Grau de Ocorrência da Falha

A ocorrência da falha - O , representa a frequência com que o defeito ocorre nas amostras confeccionadas, quantificando, de forma comparativa entre os grupos de simulação, a probabilidade de ocorrência do defeito para uma determinada faixa granulométrica de partículas de piroxênios.

A ocorrência da falha para cada grupo de simulação é calculada conforme demonstrado na equação 3.1.

$$O = \frac{ND}{NP} \quad (\text{equação 3.1})$$

Onde:

- ND = Número de defeitos, por área, na superfície esmaltada ($1/\text{mm}^2$)
- NP = Número de partículas, por área, no substrato cerâmico ($1/\text{mm}^2$)

A introdução das partículas de piroxênios na massa cerâmica foi realizada com valor fixo de porcentagem em peso, ou seja, quanto maior a faixa granulométrica utilizada menor é a quantidade de partículas de piroxênios introduzidas.

Para evitar que o número total de partículas presentes no substrato cerâmico influencie nas análises, pois este valor é diferente para cada grupo de simulação, utilizou-se como variável o número de partículas de piroxênios por área, presentes no substrato cerâmico; já que no cálculo da ocorrência considera-se o número de defeitos por área (equação 3.1).

Para a determinação do Grau de Ocorrência de defeito para cada faixa granulométrica estudada, utilizou-se os critérios apresentados na tabela 3.2.

Os Graus de Ocorrência da Falha obtidos para cada grupo de simulação estão apresentados no item 5.4.1.

Tabela 3.2 - Critérios para determinação do Grau de Ocorrência.

Probabilidade de ocorrer falha	Ocorrência - O [10 ⁻³]	Grau
Probabilidade remota	$O \leq 1$	1
Ocorrência baixa	$1 < O \leq 10$	3
Ocorrência moderada	$10 < O \leq 100$	5
Ocorrência alta	$100 < O \leq 500$	8
Ocorrência muito alta	$500 < O \leq 1000$	10

3.2.5 - Determinação do Grau de Severidade da Falha

O Grau de Severidade representa a gravidade dos efeitos da falha em função do tamanho de partícula de piroxênio, tendo sido determinado a partir do tamanho das alterações verificadas na superfície esmaltada das amostras.

Os critérios utilizados para a classificação do Grau de Severidade foram obtidos através de análise qualitativa realizada por um especialista da empresa.

O especialista que realizou essa atividade é o executor da inspeção 100 % realizada no final do processo produtivo, sendo essa pessoa devidamente treinada e responsável pela identificação de defeitos e classificação dos produtos.

Da análise qualitativa obtém-se a informação sobre qual a classificação dada a um produto, quando nele for identificado um defeito com determinado tamanho; ou seja, qual a influência da dimensão do defeito sobre a qualidade final do produto cerâmico acabado.

A determinação do Grau de Severidade de cada grupo de simulação foi feita relacionando-se o tamanho médio das alterações na superfície com as classificações obtidas da análise qualitativa.

Os critérios utilizados na determinação do Grau de Severidade, obtidos da análise qualitativa, estão apresentados na tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Critérios para determinação do Grau de Severidade.

Faixa de tamanho do defeito	Efeito sobre o produto cerâmico	Classificação do produto	Grau
≤ 150 µm	Nenhum - Não é considerado como defeito, pois não é visível nas condições de utilização do produto.	Extra	1
150 a 250 µm	Baixo - A alteração da superfície não causa nenhum efeito real na performance do produto. O cliente não notará a falha.	Extra	3
250 a 400 µm	Tolerável - A alteração da superfície é tal, que o produto é classificado considerado de qualidade inferior.	Comercial	5
400 a 500 µm	Grave - A alteração da superfície do produto é tal que não inviabiliza a sua utilização, porém é considerado um produto defeituoso.	Refugo	8
500 µm	Muito Grave - A alteração da superfície do produto é tal que inviabiliza a sua utilização na íntegra, levando-o ao descarte.	Caco	10

Os Graus de Severidade da Falha, determinados para cada grupo de simulação, estão apresentados no item 5.4.2.

3.2.6 - Determinação do Grau de Detecção da Falha

O Grau de Detecção quantifica a probabilidade de detecção da falha no ponto de controle de qualidade, sendo no caso, na inspeção 100% realizada no final do processo produtivo. O Grau de Detecção foi determinado a partir do tamanho das alterações verificadas na superfície esmaltada das amostras dos grupos de simulação.

Os critérios utilizados para a classificação do Grau de Detecção da Falha estão apresentados na tabela 3.4. Esses critérios foram determinados baseando-se no fato de que quanto maior o tamanho do defeito, maior será a probabilidade do mesmo ser identificado pelo especialista do controle de qualidade e, portanto, menor a probabilidade do cliente receber um produto defeituoso.

Os grupos de simulação classificados com Grau de Severidade igual a 1, foram também classificados com Grau de Detecção igual a 1; pois não há a necessidade de se avaliar a probabilidade de detecção de alterações que não são consideradas como defeito.

Tabela 3.4 - Critérios para determinação do Grau de Detecção.

Detecção	Tamanho médio do defeito (μm)	Grau
Muito baixa	< 100	10
Baixa	100 a 150	8
Moderada	150 a 250	5
Alta	250 a 400	3
Muito alta	> 400	1

Os Graus de Detecção determinados para cada grupo de simulação estão apresentados no item 5.4.3.

3.2.7 - Classificação Risco de Falha

O Risco de Falha - R, é o produto dos graus de Ocorrência, Severidade e Detecção, quantificando, de forma comparativa entre os grupos de simulação, a influência do tamanho de partícula de piroxênio sobre as características do defeito e seus efeitos sobre o produto cerâmico acabado.

O cálculo do Risco de Falha é feito conforme a equação 3.2.

$$R = O \times S \times D \quad (\text{equação 3.2})$$

Onde:

- R = Risco de Falha;
- O = Grau de Ocorrência;
- S = Grau de Severidade;
- D = Grau de Detecção.

Os critérios utilizados para a classificação do Risco de Falha estão apresentados na tabela 3.5. Essa classificação permite verificar, de maneira global, a influência que a malha da peneira utilizada no processo de peneiramento da barbotina possui sobre as características da falha, considerando sua Ocorrência, Severidade e probabilidade de Detecção da falha [22].

Tabela 3.5 - Critérios de classificação do Risco de Falha.

Grau	Ocorrência	Severidade	Detecção	Risco	Classificação do Risco de Falha
10	Muito alta	Muito grave	Nula	1000	Muito alto
8	Alta	Grave	Baixa	512	Alto
5	Moderada	Tolerável	Moderada	125	Moderado
3	Baixa	Baixa	Alta	27	Baixo
1	Remota	Nenhuma	Muito alta	1	Desprezível

Essa etapa tem o objetivo de fornecer informações ao corpo técnico da empresa cerâmica para tomada de decisão, em relação ao controle do defeito em estudo.

As alterações estudadas no processo de peneiramento da barbotina influenciam em outros fatores do processo produtivo, como por exemplo na distribuição granulométrica das partículas presentes na massa cerâmica, sendo necessário identificá-las e levá-las em consideração antes de efetuar alterações no processo produtivo.

Os Riscos de Falha obtidos para cada grupo de simulação, bem como suas respectivas classificações estão apresentados no item 5.4.4.

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Nesse capítulo estão apresentadas as técnicas de análise e métodos utilizados no estudo e caracterização do defeito e na caracterização da matéria prima fonolito. São apresentadas também as metodologias utilizadas na preparação das amostras confeccionadas para simulação do defeito.

Os resultados obtidos das análises descritas estão apresentadas no Capítulo 5 - Resultados e Discussões.

4.1 - Caracterização do Defeito

Foram utilizadas as técnicas de microscopia eletrônica e ótica na caracterização do defeito, obtendo informações que auxiliaram em sua caracterização e na determinação de sua origem.

As amostras de produtos com defeito foram seccionadas, na seção transversal defeituosa, com disco de diamante, lixadas, polidas e as superfícies a serem analisadas recobertas com ouro.

As análises do defeito foram realizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV acoplado com Microsonda de Energia Dispersiva por Raios X- EDX e bancada ótica NEOPHOT 21, estando os resultados obtidos apresentados nos itens 5.1 e 5.2.

4.2 - Metodologia de Preparação de Amostras a Partir de Matéria Prima

O fonolito utilizado nas análises e na simulação do defeito foi retirado do box de armazenamento de matérias primas da empresa Cerâmica Portobello S.A..

A granulometria das amostras utilizadas nas análises estão apresentados na tabela 4.1, tendo sido necessária essa diferenciação para uma melhor caracterização dos materiais em estudo.

O fonolito foi moído em moinho rápido de laboratório por um período de 10 minutos. Os piroxênios foram retirados do fonolito por indução magnética provocada por um ímã de 7000 Gauss, e as faixas granulométricas utilizadas foram obtidas por peneiramento.

Tabela 4.1 - Granulometrias das amostras utilizadas nas análises [μm].

Técnica Material	Difração de raios x	DTA	Análise Química
Fonolito	325 <d \geq 400	200 <d \geq 400	325 <d \geq 400
Piroxênios	325 <d \geq 400	200 <d \geq 400	

4.3 - Caracterização do Fonolito e Fases Piroxênicas

As técnicas descritas a seguir foram utilizadas na caracterização e estudo do fonolito e minerais que o constitui, proporcionando a aquisição de informações sobre a matéria prima e auxiliando na determinação da origem do defeito e fenômenos físicos relacionados com a sua ocorrência.

4.3.1 - Análise Microestrutural

A análise microestrutural foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura-MEV acoplado com Microsonda de Energia Dispersiva por Raios X- EDX.

As amostras de pedras de fonolito, foram seccionadas com disco de diamante, embutidas, lixadas e polidas, e as superfícies a serem analisadas foram recobertas com ouro.

Nessas análises, além da microestrutura do fonolito, obteve-se a informação de quais elementos químicos constituem cada fase identificada; estando os resultados obtidos apresentados no item 5.2.

4.3.2 - Análise Mineralógica

A análise mineralógica, realizada por análise de difração de raios X, proporcionou identificar os minerais que constituem o fonolito e as fases presentes; estando os resultados obtidos apresentados nos itens 5.2.2 e 5.2.3.

A análise por difração de raios X foi realizada utilizando-se radiação de Cu K α , 40kV/30mA, Divergente Slit=1°, Receiving Slit=0.2. A leitura foi realizada na amostra na

forma de pó orientado randomicamente, sem spinner (acessório que rotaciona o porta amostra).

4.3.3 - Análise Química

A análise química foi realizada com um ICP - *Inductively Coipled Plasma* [23], tendo sido obtida a composição química do fonolito. O resultado dessa análise está apresentado na tabela 5.1.

4.3.4 - Análise Térmica

As análises térmico diferenciais foram realizadas em um equipamento NETZSCH STA 409, utilizando uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, obtendo-se o comportamento térmico do fonolito e dos piroxênios na faixa de temperatura relativa ao processo de sinterização por monoqueima.

Os resultados obtidos dessas análises estão apresentados nos itens 5.2.2 e 5.2.3.

4.4 - Simulação do Defeito

4.4.1 - Metodologia empregada na simulação do defeito

A etapa de simulação consiste na introdução de partículas de piroxênios na massa cerâmica, em faixas granulométricas determinadas, visando provocar o defeito. Industrialmente, o controle granulométrico da barbotina e, conseqüentemente, dos piroxênios constituintes do fonolito, é feito por peneiramento após a etapa de moagem através de peneiras 60 e 120 mesh, seqüencialmente.

O objetivo da simulação do defeito é verificar a influência do tamanho da partícula de piroxênio existente no substrato cerâmico sobre as características do defeito, tendo sido utilizadas seis faixas granulométricas de partículas de piroxênios, obtidas por peneiramento, conforme apresentado na tabela 4.2.

As amostras de produtos cerâmicos foram confeccionadas com as características dos produtos nos quais a intensidade do defeito é crítica, procurando não se distanciar dos parâmetros de processo utilizados industrialmente.

Os resultados obtidos da etapa de simulação do defeito estão apresentadas no item 5.3.

Tabela 4.2 - Faixas de tamanho de partícula de piroxênio utilizadas na simulação do defeito.

Grupos de simulação	Intervalo de peneiras (mesh)	Tamanho (μm)
1	40 - 60	425 - 250
2	60 - 80	250 - 180
3	80 - 120	180 - 125
4	120 - 150	125 - 105
5	150 - 170	105 - 90
6	170 - 200	90 - 75

4.4.2 - Preparação do Substrato Cerâmico

A formulação da massa cerâmica utilizada (tabela 4.3) difere da formulação industrial apenas pela granulometria do fonolito utilizado na composição e pela introdução, após a etapa de moagem, de 3,5 % em peso de partículas de piroxênios com granulometria controlada (tabela 4.3).

O fonolito utilizado na formulação da massa cerâmica foi introduzido com granulometria menor que 200 mesh, visando diferenciar as partículas de piroxênios constituintes do fonolito daquelas introduzidas para simulação do defeito.

A moagem das matérias primas foi realizada via úmida em laboratório, com moinho de bolas por um período de 60 minutos, e a barbotina obtida foi seca em estufa por um período de 24 horas. As partículas de piroxênio com granulometria controlada foram introduzidas após a secagem da barbotina, antes das etapas de granulação e compactação da massa cerâmica.

A massa cerâmica foi granulada em laboratório, sendo a compactação do substrato cerâmico realizada em prensa hidráulica de laboratório nas dimensões 50 x 120 [mm²].

Tabela 4.3 - Formulação da massa cerâmica, em peso.

Matéria Prima	Porcentagem
Fonolito (< 200 mesh)	17,3
Argila I	24,0
Argila II	25,0
Argila III	10,5
Filito I	19,1
Partículas de Piroxênios	3,5

4.4.3 - Esmaltação das Amostras

Visando favorecer a ocorrência do defeito utilizou-se engobe branco e esmalte transparente e brilhante, sendo os mesmos utilizados no processo produtivo da empresa.

O engobe e esmalte foram aplicados, sequencialmente, sobre o substrato cerâmico, em laboratório, com pistola pulverizadora a uma pressão de 0,3 MPa.

As condições de aplicação utilizadas foram:

- engobe: densidade = 1500 g/ml;
peso de aplicação = $2,3 \pm 0,05$ g.
- esmalte: densidade = 1620 g/ml;
peso de aplicação = $4,6 \pm 0,05$ g.

4.4.4 - Sinterização

As amostras foram sinterizadas em forno industrial de rolos, sendo o ciclo de queima industrial de 40 minutos e a temperatura máxima de 1175 °C.

4.5 - Análise das Amostras Obtidas da Simulação do Defeito

As amostras obtidas da simulação do defeito foram analisadas visando a aquisição de informações para a determinação do Grau de Ocorrência, Grau de Severidade e Grau de Detecção do defeito, estando os resultados obtidos apresentados no item 5.3.

4.5.1 - Análise das Partículas de Piroxênios Distribuídas no Substrato Cerâmico

A distribuição de tamanho de partículas de piroxênios presentes no substrato cerâmico das amostras, bem como a quantidade existente, foram determinadas em bancada ótica NEOPHOT 21, através da análise das seções transversais. Foram analisadas amostras dos seis grupos de simulação e um produto industrial.

Para a determinação da distribuição de tamanho de partícula foram analisadas 10 amostras de cada grupo, utilizando-se aumento de 250 vezes. Foram realizadas 5 medidas em cada amostra, sendo uma medida em cada região da seção transversal da amostra: superior, inferior, lateral direita, lateral esquerda e inferior, conforme esquematizado na figura 4.1.

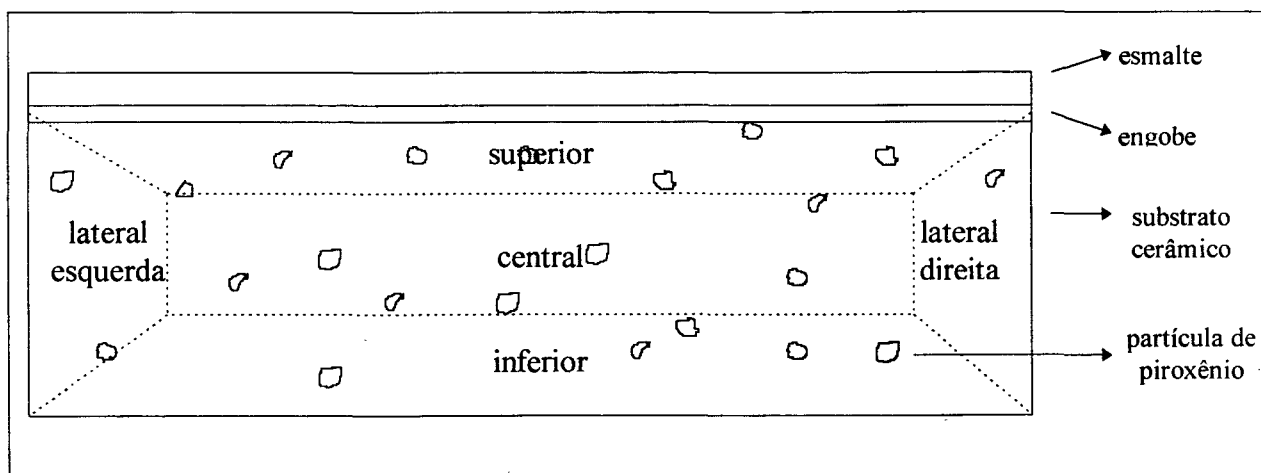


Figura 4.1 - Determinação do tamanho médio das partículas de piroxênios no substrato cerâmico.

A grandeza medida foi o maior comprimento da partícula no sentido horizontal, representando o tamanho da partícula de piroxênio.

Para a determinação do número de partículas de piroxênios, por área, presentes no substrato cerâmico - NP, foram analisadas as seções transversais de 5 amostras de cada grupo, sendo verificado o número de partículas presentes na seção. O número de partículas por área - NP, para cada grupo, foi calculado conforme apresentado na equação 4.1.

$$NP = \frac{\text{Somatório do número de partículas de piroxênios na seção transversal de cada amostra}}{\text{Somatório da área da seção transversal de cada amostra}} \quad (\text{equação 4.1})$$

4.5.2 - Análise da Superfície Esmaltada

A distribuição de tamanho de defeitos na superfície esmaltada, bem como a quantidade de defeitos existente, foram determinadas em bancada ótica NEOPHOT 21, tendo sido analisadas amostras dos seis grupos de simulação.

Para a determinação da distribuição de tamanho de defeitos foram analisadas amostras, utilizando-se aumento de 200 vezes, sendo medidos 20 defeitos na superfície esmaltada da amostra para cada grupo de simulação.

A grandeza medida foi o maior comprimento do defeito no sentido horizontal, representando o tamanho do defeito.

O número de defeitos, por área, na superfície esmaltada - ND, para cada grupo de simulação, foi calculado conforme apresentado na equação 4.2.

$$ND = \frac{\text{Somatório do número de defeitos na superfície esmaltada de cada amostra}}{\text{Somatório da área da superfície esmaltada de cada amostra}} \quad (\text{equação 4.2})$$

5.1 - Caracterização da Falha e dos Efeitos

A falha em análise é um defeito que ocorre em produtos cerâmicos de pavimento esmaltados tipo grês. Esse defeito caracteriza-se por crateras arredondadas distribuídas aleatoriamente pela superfície esmaltada, com tamanho na faixa de 100 a 500 μm (figura 5.1). Essas crateras são circundadas por manchas escuras que afetam consideravelmente a qualidade da superfície esmaltada do produto cerâmico.

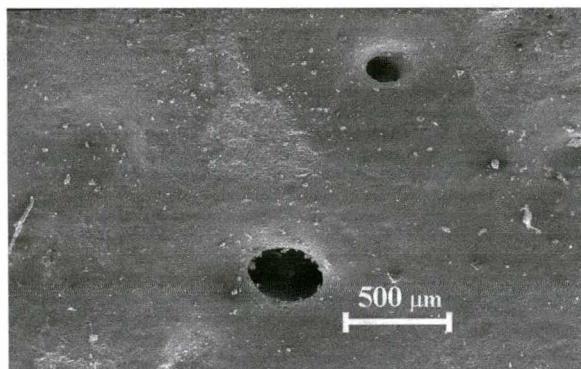


Figura 5.1 - Superfície esmaltada de um produto defeituoso obtida por MEV.

O defeito é identificado na produção com uma periodicidade média, sendo a sua detecção mais freqüente em produtos em que se utiliza esmaltes claros e brilhantes. A amplitude desse defeito, ou seja, sua incidência é de 7% da produção[21].

O efeito causado pelo defeito identificado, é a alteração da qualidade superficial do produto cerâmico esmaltado, sendo essa característica seu principal apelo de mercado.

A detecção do defeito leva a perda do valor do produto cerâmico, pois conforme seu índice de ocorrência e severidade, faz com que esse seja considerado como um produto de qualidade inferior, conforme classificação apresentada na tabela 2.4.

Em ambos os casos, há perdas para a empresa, pois o custo de produção é o mesmo para todas as classes de produto, e o preço de mercado dessas classes inferiores é menor em relação aos produtos classificados como “extra”.

5.2 - Causa da Falha

5.2.1 - Análise do Defeito

Através de análise da seção transversal de um produto defeituoso (figura 5.2), realizada em MEV, verificou-se que o defeito tem origem no substrato cerâmico, sendo causado por uma partícula de coloração escura presente na massa cerâmica.

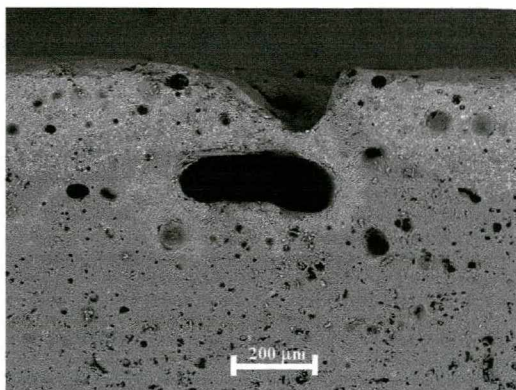


Figura 5.2 - Seção transversal de um produto com defeito obtida por MEV.

A presença dessa partícula é uma característica comum do substrato cerâmico fabricado pela empresa, sendo encontrada com fina granulometria (figura 5.3) e aleatoriamente distribuída. Eventualmente, partículas de tamanho superior à faixa granulométrica esperada são encontradas no substrato cerâmico.

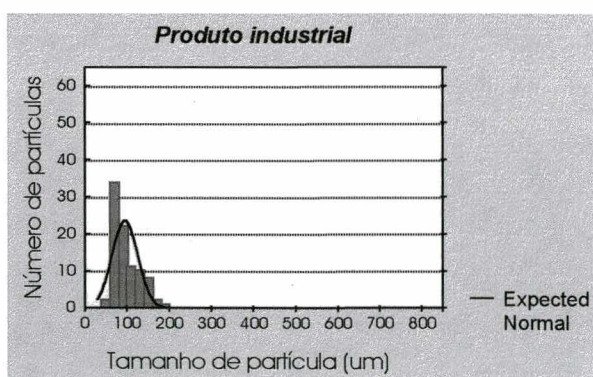


Figura 5.3 - Distribuição de tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico -produto industrial.

Verifica-se que essas partículas de tamanho superior, quando localizadas na região superior do substrato cerâmico, próximo a superfície esmaltada, causam defeitos.

O tamanho da partícula causadora do defeito é uma variável que possui grande influência na ocorrência e na severidade do defeito, pois verifica-se a presença de partículas pequenas localizadas na região superior do substrato cerâmico que não causam defeitos.

Na análise por EDX realizada na partícula causadora do defeito (figura 5.4) é possível observar o alto teor de Fe, além da presença de Mg, Ca e Na, sendo esses elementos que mais a diferenciam da análise por EDX da massa cerâmica (figura 5.5).

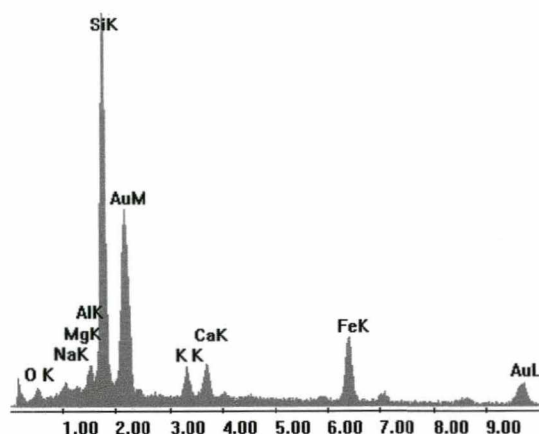


Figura 5.4 - Análise por EDX da partícula causadora do defeito.

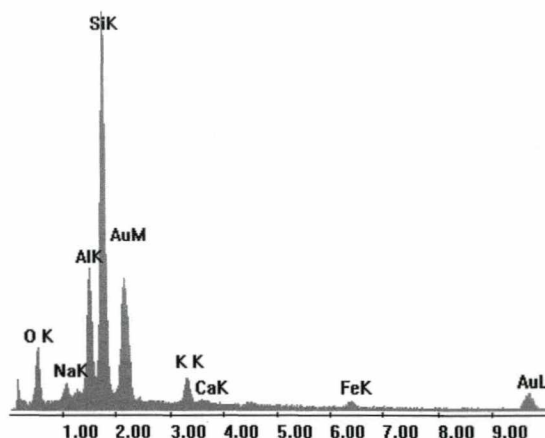
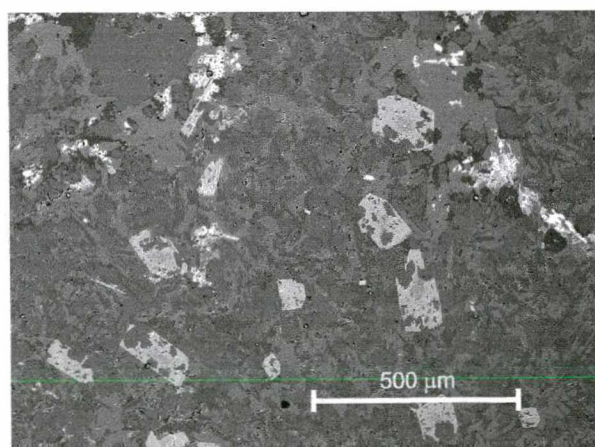


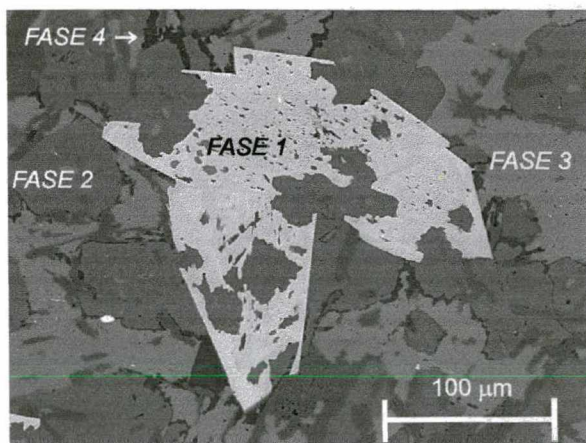
Figura 5.5 - Análise por EDX da massa cerâmica.

O fonolito é, dentre as matérias primas utilizadas pela empresa na formulação da massa cerâmica, aquela que possui maior teor de ferro em sua composição.

Visando melhor caracterizar a relação entre o defeito e a utilização do fonolito como matéria prima, foram analisadas em MEV amostras de fragmento de fonolito (figura 5.6) utilizando sistema de detecção BSE. Essa técnica permite diferenciar pela coloração da imagem composições diferentes.



a)



b)

Figura 5.6 - Micrografias de fragmento de fonolito obtidas em MEV - a) ampliada, b) detalhe.

Foram identificadas no fonolito 4 fases com diferentes morfologias e composições químicas, estando as análises por EDX realizadas em cada fase apresentadas nas figuras 5.7 a 5.10, onde pode-se verificar os elementos existentes em cada fase.

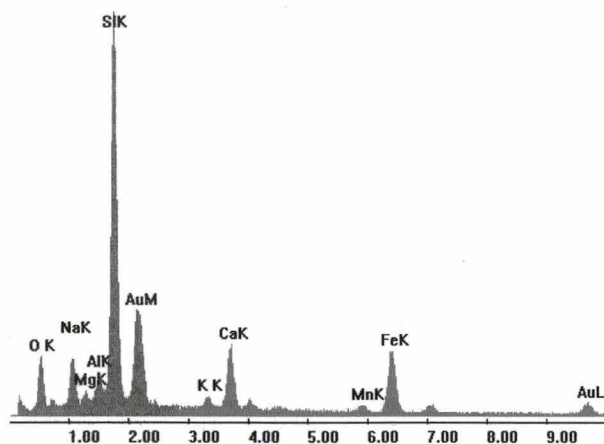


Figura 5.7 - Análise por EDX da fase 1.

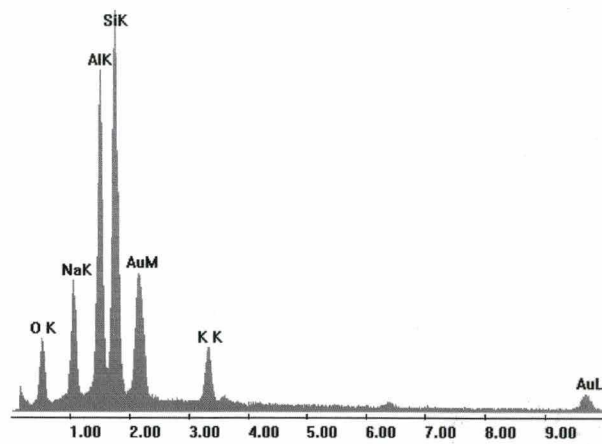


Figura 5.8 - Análise por EDX da fase 2.

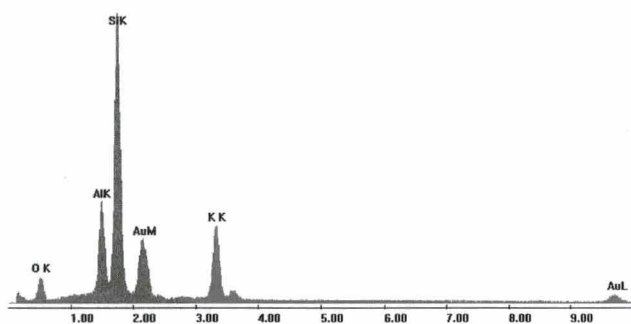


Figura 5.9 - Análise por EDX da fase 3.

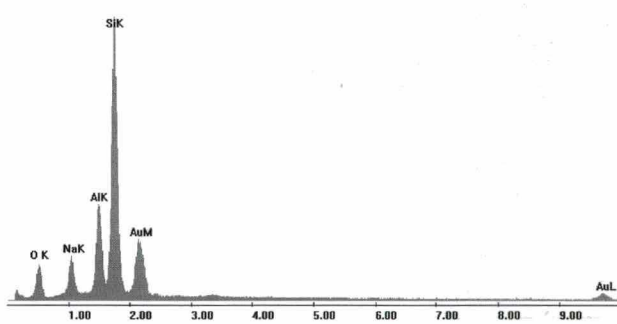


Figura 5.10 - Análise por EDX da fase 4.

Realizando uma análise comparativa a partir das análises obtidas por EDX, apresentadas nas figuras 5.4 e 5.7, verifica-se a coincidência de elementos entre a partícula causadora do defeito e a fase 1 identificada no fonolito.

A fase 1 (figura 5.6 b)) apresenta um alto teor de Fe, Mg, Ca e Na, além da presença de Si e Al. Sua morfologia é bastante diferenciada do restante do sistema, apresentando aspecto poligonal. As características citadas, somadas a coloração esverdeada dessa fase (quando observada por microscopia ótica) caracterizam um piroxênio ferromagnesiano; sendo esse um mineral comumente encontrado no fonolito [24].

Através dessa análise, confirma-se que a ocorrência do defeito está relacionada com a utilização do fonolito como matéria prima. Mais especificamente, o defeito é causado por uma fase piroxênica constituinte do fonolito, identificada como fase 1.

5.2.2 - Caracterização do Fonolito

Através da análise química realizada no fonolito (tabela 5.1) verificou-se que esse material é rico em potássio, cálcio e sódio.

Tabela 5.1 - Análise química do fonolito.

Óxido	% (peso)
SiO ₂	55,71
Al ₂ O ₃	22,07
Na ₂ O	10,17
K ₂ O	5,75
Fe ₂ O ₃	2,18
CaO	1,12
MgO	0,40
TiO ₂	0,14
BaO	< 0,05

A análise de difração de raio X realizada no fonolito (figura 5.11), confirma a classificação do feldspato como sendo uma mistura de feldspatos alcalinos e plagioclásios. O difratograma mostra a presença de ortoclásio (feldspato potássico - KAlSi₃O₈), caracterizado pelo distanciamento interplanar $d=4.20 \text{ \AA}$, albita (feldspato sódico - NaAlSi₃O₈), caracterizado por $d=4.03$ e $d=3.19 \text{ \AA}$, e, em menor quantidade, anortita (feldspato cálcico - CaAl₂Si₂O₆), caracterizada por $d=4.04$ e 3.26 \AA . Foi encontrada a solução sólida entre a nefelina e a kalsilita (feldspatóide com Na e K), caracterizada pelos $d=3.07$, 4.25 e 4.20 \AA .

Entre um valor e outro de “d”, característico das fases puras, encontra-se uma série de picos com intensidade intermediária, evidenciando que a amostra é uma mistura de feldspatos, pois composições intermediárias conduzem a espaçamentos interplanares intermediários [12, 25].

Relacionando o resultado da análise de difratometria de raios X com as análises por EDX apresentadas nas figuras 5.8, 5.9 e 5.10, verifica-se que as fases 2, 3 e 4 representam a família de feldspatos, os quais são os principais constituintes do fonolito.

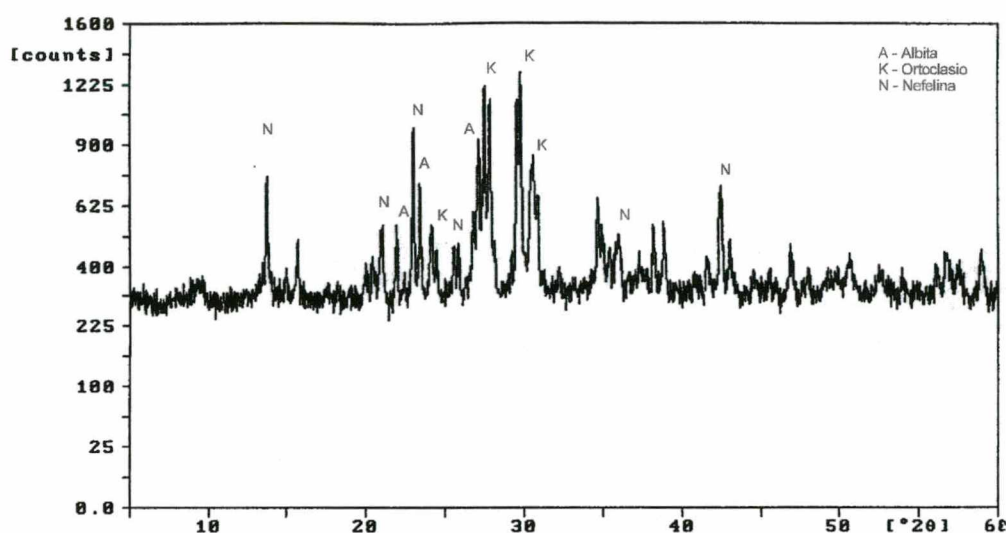


Figura 5.11 - Difratoograma de raios X realizado no fonolito.

A fase 2 foi identificada como sendo uma solução sólida entre nefelina e a kalsilita, feldspatóides contendo Na e K respectivamente.

A fase 3 representa um feldspato ortoclásio, indicado pelo pico bem pronunciado de K; sendo que se observa a presença de anortita, indicada pelo pico pouco evidente de Ca. Soluções sólidas entre essas duas fases estão limitadas à baixas concentrações [12].

A fase 4 representa a fase albita, identificada pelo pico de Na.

Identificou-se que a fase 1 é a responsável pelo alto teor de ferro no fonolito em relação aos padrões convencionais de matérias primas cerâmicas; não tendo sido identificada pela análise de difração de raios X devido a baixa concentração deste material na amostra utilizada.

Devido ao fato da origem do defeito em estudo estar relacionado com a presença da fase 1, e visando uma melhor caracterização do fonolito, optou-se por um estudo mais aprofundado dessa fase, apresentado no item 5.3.3.

A análise térmica diferencial realizada no fonolito (figura 5.12) apresenta 3 picos endotérmicos bem pronunciados. Os picos em torno de 300 °C são relativos a liberação de carbonatos presentes no fonolito e o pico à 1023 °C caracteriza o início de formação de fase líquida. A presença de carbonatos não é comumente associada a rochas ígneas como o fonolito, mas pode ser encontrada em amostras retiradas de regiões superficiais da jazida, as quais sofreram ação do intemperismo [24].

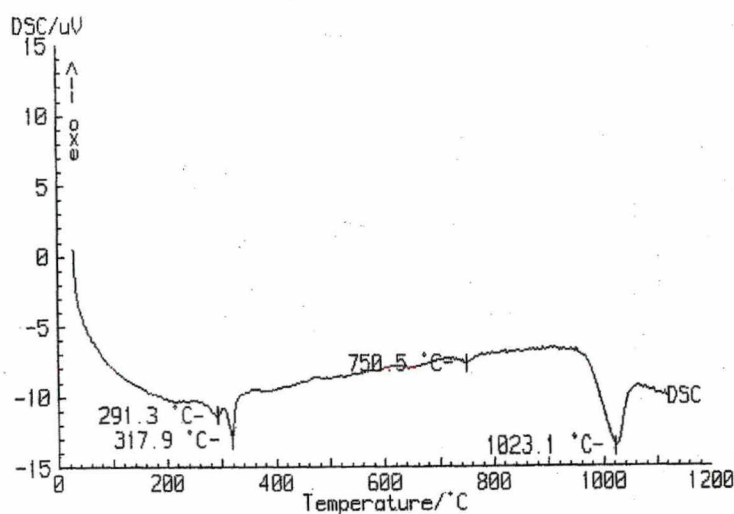


Figura 5.12 - Análise Térmica Diferencial (DTA) realizada no fonolito.

A temperatura de início de formação de fase líquida do fonolito é bastante inferior à temperatura máxima do processo de queima utilizada nas indústrias cerâmicas brasileiras, que se encontra na faixa de 1150 à 1250 °C, fazendo desse material uma excelente matéria prima fundente para utilização no processo de monoqueima rápida.

5.2.3 - Caracterização das Fases Piroxênicas

Os piroxênios apresentam a característica de serem magneticamente induzidos, tendo esta característica sido utilizada na separação da fase 1 para análise.

A análise de difração de raios X do material retirado por ímã (figura 5.13) identificou-o como sendo uma solução sólida das fases piroxênicas aegerina e augita. Particularmente, os piroxênios ferromagnesianos são caracterizados pela intensa cor verde esmeralda e pelo seu aspecto poligonal, quando observados por microscopia ótica e eletrônica.

Pode-se afirmar, através da análise térmica diferencial (DTA) da aegerina e da augita (figura 5.14), que o material possui um comportamento praticamente estável até sua temperatura de fusão. Este pico, fortemente endotérmico, a 1041 °C, tem características de simetria, indicando a pureza dos cristais de piroxênios.

O primeiro pico endotérmico, pouco evidente, a 309 °C está relacionado com a saída de carbonatos, os quais são provenientes do intemperismo ocorrido em regiões superficiais da jazida de fonolito [24].

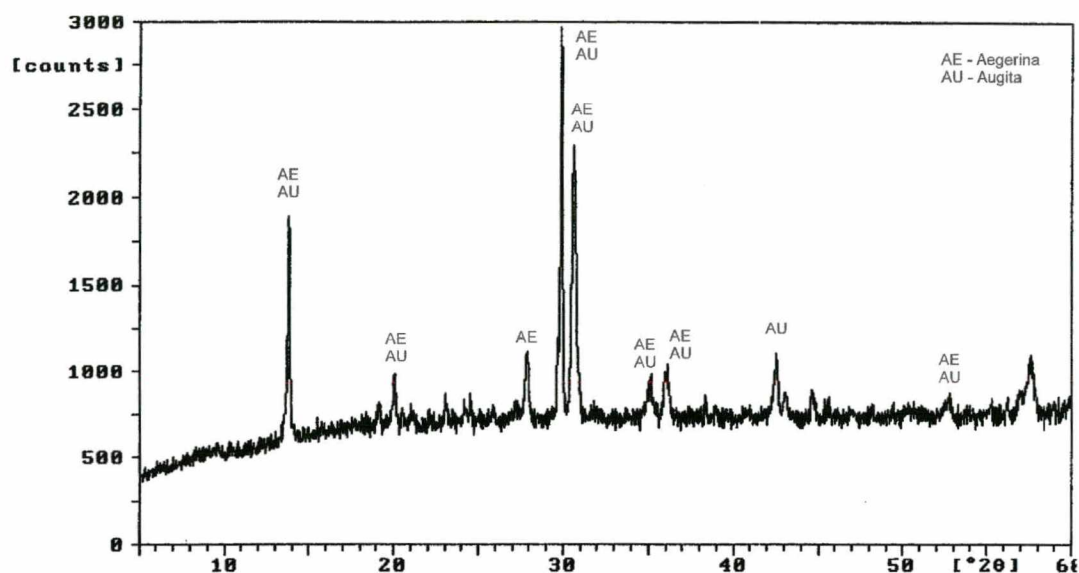


Figura 5.13 - Difratoograma de raios X realizado nos piroxênios.

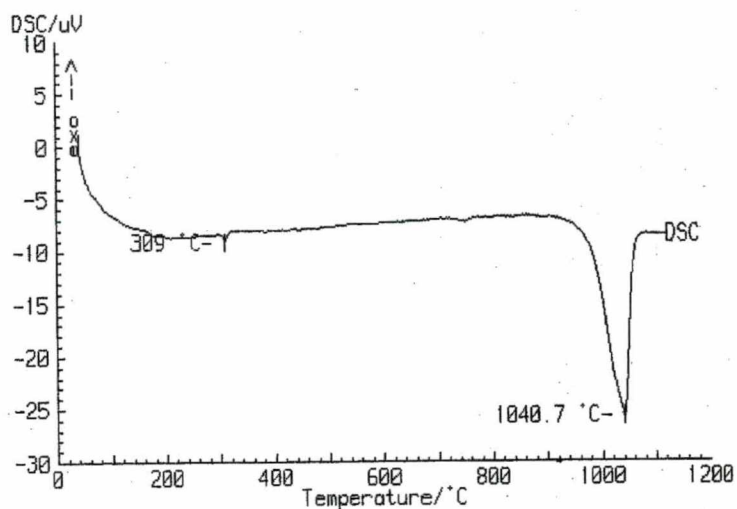


Figura 5.14 - Análise Térmica Diferencial (DTA) dos piroxênios.

Comparando as curvas de DTA do fonolito (figura 5.11) com a dos piroxênios (figura 5.14) verifica-se que, na medida em que o fonolito é composto por várias fases distintas, incluindo os piroxênios, sua temperatura de fusão é menor (1023 °C); pois a presença de maior variedade de cátions produz uma maior distorção do reticulado de modo que o colapso da estrutura é atingindo em temperaturas menores.

5.2.4 - Mecanismo de Ocorrência do Defeito

A ocorrência do defeito está relacionada com a utilização do fonolito como matéria prima na formulação da massa cerâmica, sendo, mais especificamente, causado pelos piroxênios existentes no fonolito.

Através de análise mineralógica, identificou-se a aegerina e augita como sendo as fases piroxênicas presentes no fonolito, que constituem as partículas causadoras do defeito.

O defeito ocorre quando partículas de piroxênios de tamanho muito superior ao esperado encontram-se na massa cerâmica. A existência dessas partículas de maior tamanho pode estar relacionada com desvios que ocorrem no processo de fabricação ou por variações de formação da própria jazida do fonolito, já que a jazida de Lages possui veios de tamanho de grão bastante diferenciados [24].

Os piroxênios possuem uma estabilidade térmica elevada, ocorrendo sua fusão em uma estreita faixa de temperatura; sendo sua temperatura de fusão (1041°C) inferior à temperatura máxima de queima (1175°C). Durante o aquecimento, próximo de 310°C , ocorre a dissociação de carbonatos (figura 5.14), havendo a formação de CO_2 .

As partículas de piroxênios fundem rapidamente quando atingida sua temperatura de fusão, permanecendo acima dessa temperatura durante parte do processo de queima. Supõem-se que o material que constitui as partículas de piroxênios permanecem em estado líquido durante parte do processo de queima; justificando assim a presença de bolhas aprisionadas nas partículas maiores localizadas no interior do substrato cerâmico.

A viscosidade do engobe e do esmalte diminuem a medida que a temperatura aumenta, facilitando a difusão de material e a saída de gases proveniente da queima do substrato cerâmico. As partículas de piroxênios localizadas na região superior do substrato cerâmico permanecem em contato com essas camadas com baixa viscosidade.

Pressupõe-se que o surgimento das crateras arredondadas na superfície esmaltada, e as manchas que as circundam, é auxiliado pela baixa viscosidade das camadas de engobe e esmalte.

As crateras formam-se devido a expansão volumétrica do CO_2 proveniente da dissociação dos carbonatos, aumentando em aproximadamente duas vezes seu volume devido ao aumento de temperatura. Associada à expansão do CO_2 , há a expansão da própria partícula de piroxênio, que juntos geram uma descontinuidade das camadas de engobe e esmalte.

As manchas que circundam as crateras são provenientes da difusão de material da partícula, que se encontra em estado líquido, para as camadas superiores com baixa viscosidade;

lembrando que o transporte de massa no estado líquido se dá muito mais facilmente que no estado sólido [2].

O tamanho da partícula de piroxênio influencia na ocorrência e na gravidade do defeito, pois quanto maior a partícula, maior é o volume de material que funde logo abaixo das camadas de engobe e esmalte; aumentando as proporções dos fenômenos.

Dentro do processo produtivo, decidiu-se centrar os estudos na etapa de peneiramento da barbotina, através da qual é possível exercer controle sobre o tamanho de partícula de piroxênio presente na massa cerâmica.

5.3 - Simulação do Defeito

5.3.1 - Análise Visual

Foram utilizados seis grupos de simulação, descritos na tabela 4.3, e amostras obtidas nessa etapa estão apresentadas nas figuras 5.15 à 5.20.

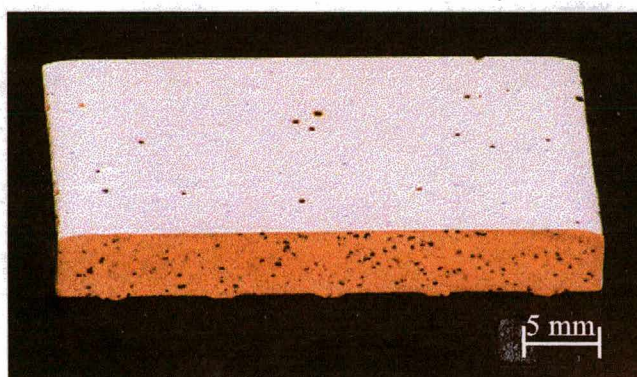


Figura 5.15 - Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 1.

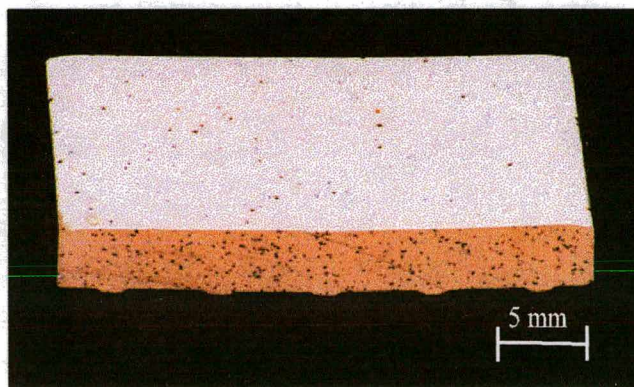


Figura 5.16 - Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 2.

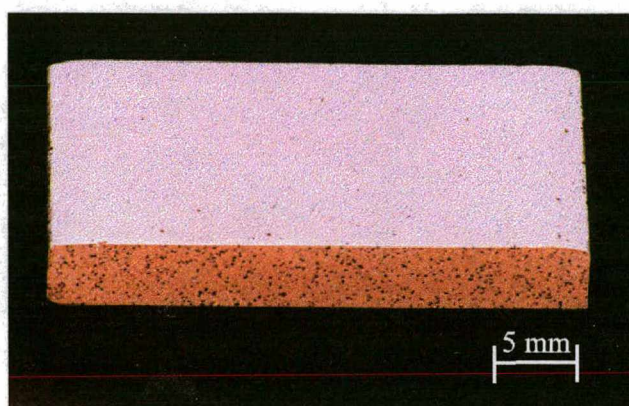


Figura 5.17 - Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 3.

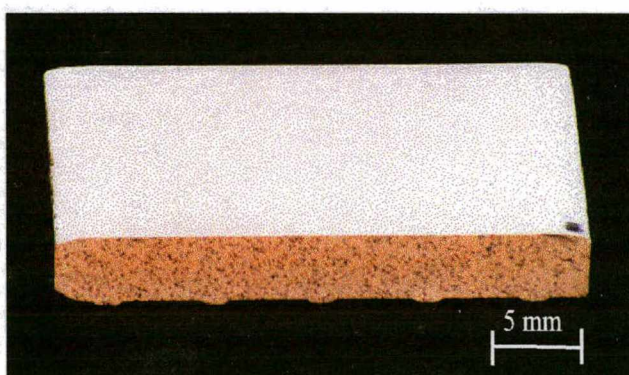


Figura 5.18 - Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 4.

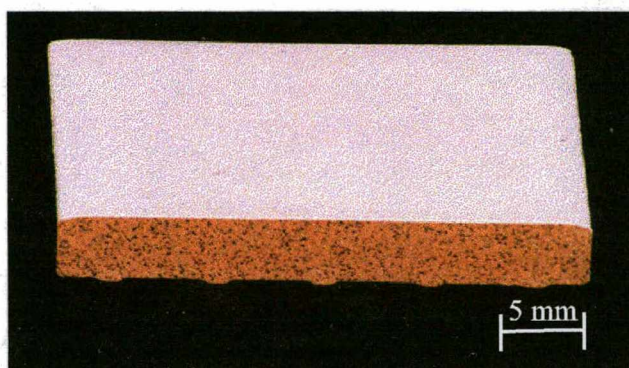


Figura 5.19 - Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 5.

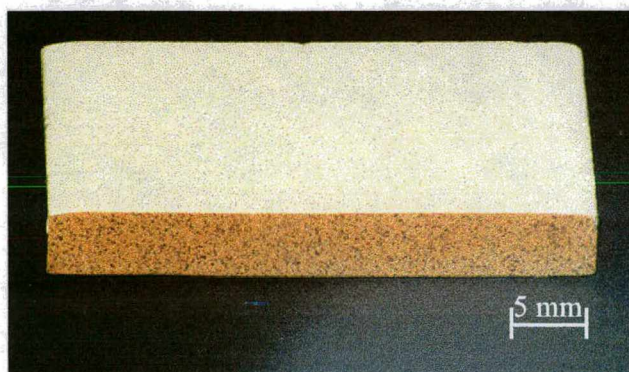


Figura 5.20 - Amostra obtida da simulação do defeito - grupo de simulação 6.

Verificou-se alterações na superfície esmaltada do produto de maneira diferenciada para cada grupo. As alterações verificadas na superfície esmaltada são: presença de crateras circundadas por manchas escuras, alteração da coloração e da rugosidade da superfície esmaltada.

Observa-se que, quanto maior o tamanho da partícula de piroxênio, maior é o tamanho da cratera e da mancha escura que a circunda, sendo também maior a alteração da rugosidade da superfície esmaltada da amostra.

5.3.2 - Distribuição do Tamanho de Partícula de Piroxênio no Substrato Cerâmico

Além da distribuição granulométrica do produto industrial, mostrado na figura 5.3, foram analisadas amostras dos seis grupos de simulação após a queima, estando as distribuições granulométricas obtidas apresentadas nas figuras 5.21 à 5.26. Os dados estatísticos dessa análise estão apresentados na tabela 5.2.

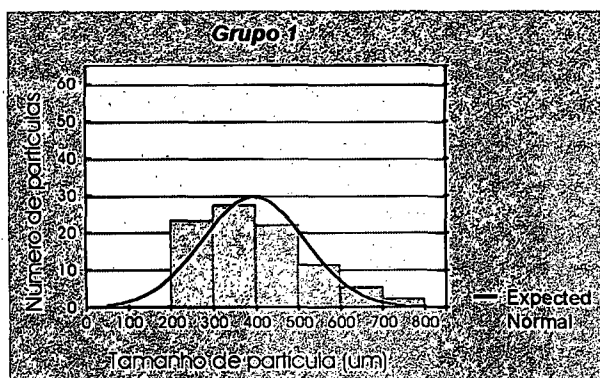


Figura 5.21 - Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 1.

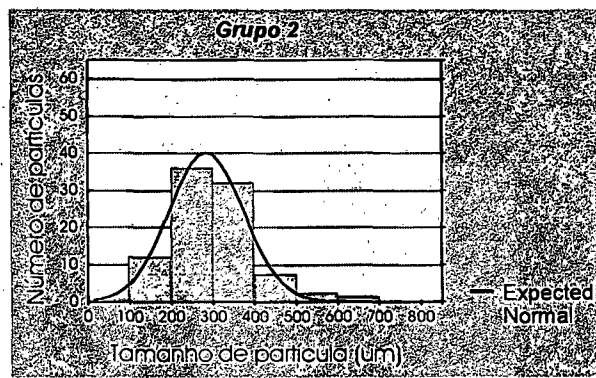


Figura 5.22 - Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 2.

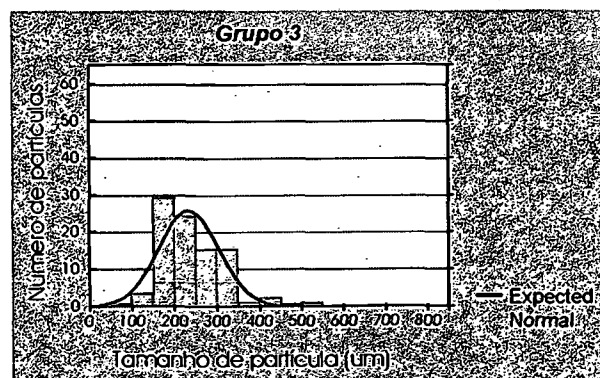


Figura 5.23 - Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 3.

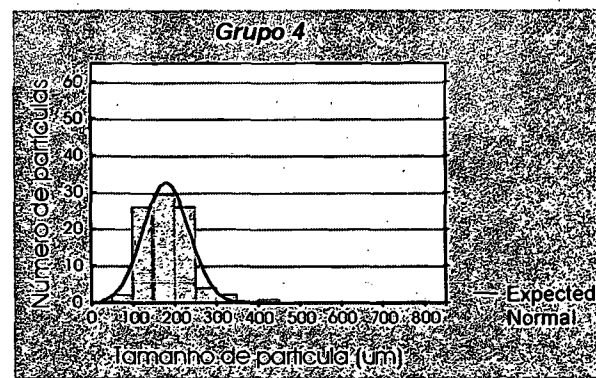


Figura 5.24 - Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 4.

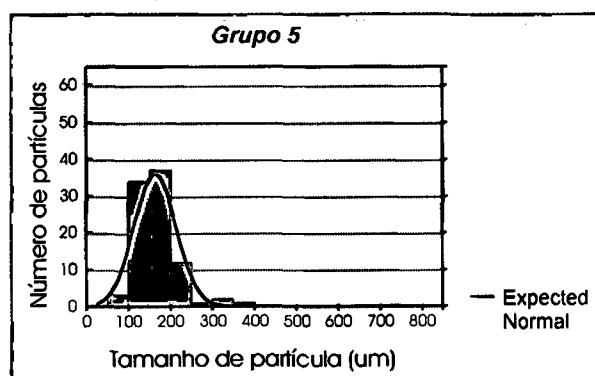


Figura 5.25 - Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 5.

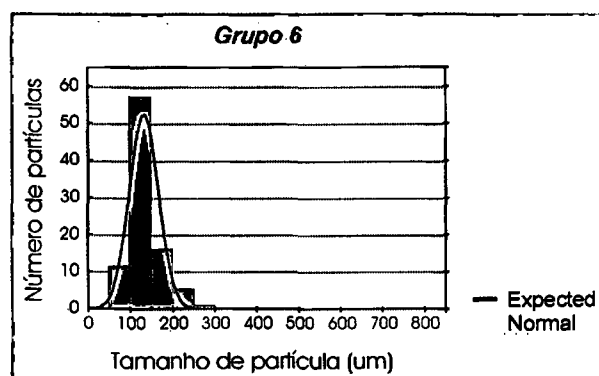


Figura 5.26 - Distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico - grupo de simulação 6.

Tabela 5.2 - Dados estatísticos - distribuição do tamanho de partícula de piroxênio no substrato cerâmico.

Grupo de simulação	Média (μm)	Números de medidas	Valor min. (μm)	Valor máx. (μm)	Desvio padrão
1	395.07	90	200.00	720.00	121.04
2	284.22	90	124.00	648.00	89.27
3	233.55	90	128.00	500.00	69.54
4	179.82	90	84.00	400.00	54.83
5	163.51	90	88.00	372.00	49.72
6	132.53	90	64.00	260.00	34.22
Industrial	95.24	90	56.00	192.00	30.45

Os valores determinados nessa análise foram amplamente utilizados na determinação do risco de falha, apresentado no item 5.4.

5.3.3 - Quantidade de Partículas de Piroxênios no Substrato Cerâmico

Visando a determinação do número de partículas de piroxênios no substrato cerâmico, foram analisadas amostras dos seis grupos de simulação e um produto industrial, estando os valores obtidos apresentados na tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Número de partículas de piroxênios no substrato cerâmico - NP.

Grupo	NP [1/mm ²]
1	0.388
2	0.603
3	1.685
4	2.796
5	3.616
6	4.964

Os valores determinados foram utilizados no cálculo da ocorrência do defeito, estando apresentado no item 5.4.1.

5.3.4 -Distribuição do Tamanho de Defeitos na Superfície Esmaltada

Visando a determinação da distribuição do tamanho de defeitos na superfície esmaltada, foram analisadas amostras dos seis grupos de simulação, estando as distribuições obtidas apresentadas nas figuras 5.27 à 5.32. Os dados estatísticos dessa análise estão apresentados na tabela 5.4.

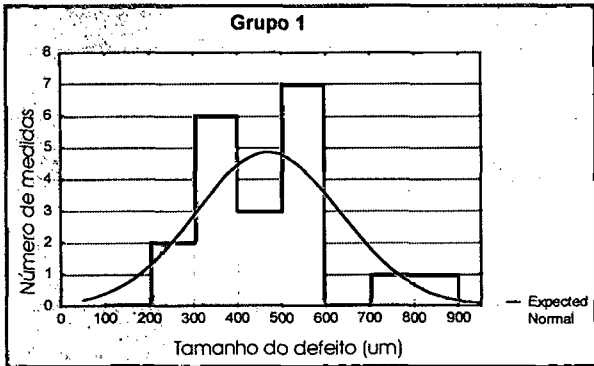


Figura 5.27 - Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 1.

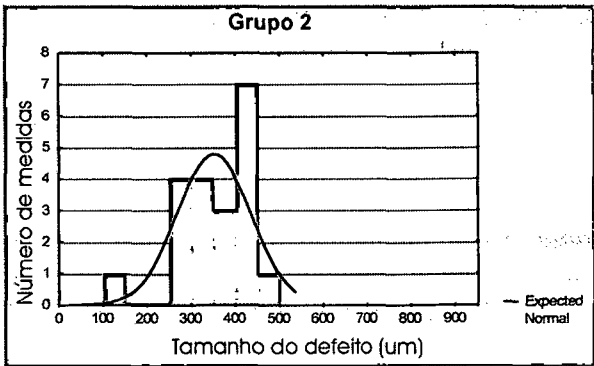


Figura 5.28 - Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 2.

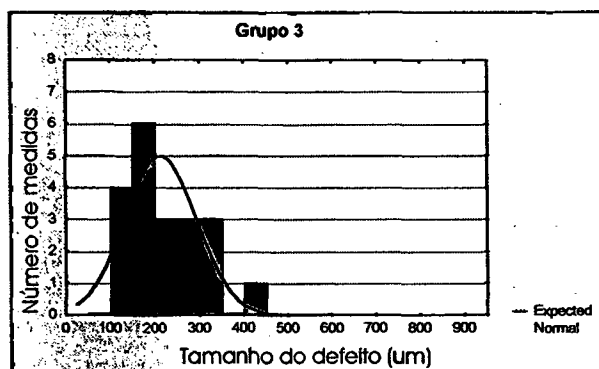


Figura 5.29 - Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 3.

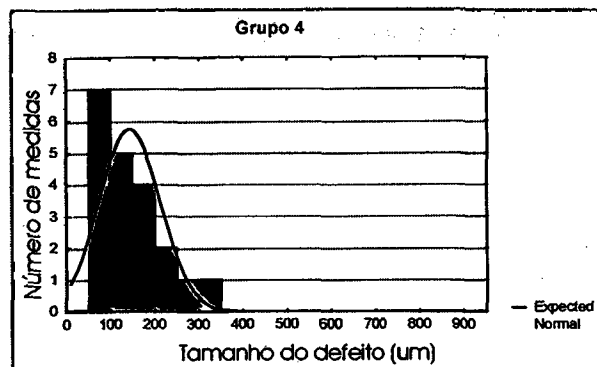


Figura 5.30 - Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 4.

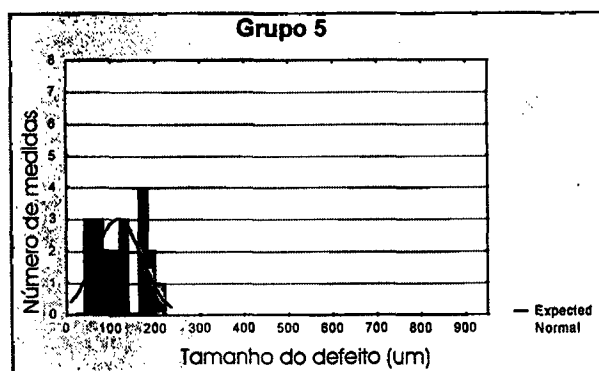


Figura 5.31 - Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 5.

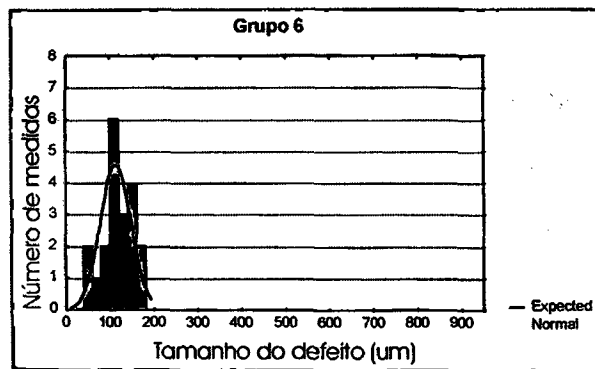


Figura 5.32 - Distribuição de tamanho de defeito na superfície esmaltada - grupo de simulação 6.

Tabela 5.4 - Dados estatísticos - distribuição do tamanho de defeito na superfície esmaltada.

Grupo de simulação	Média (μm)	Números de medidas	Valor min. (μm)	Valor máx. (μm)	Desvio padrão (μm)
1	469.20	20	225.00	850.00	164.55
2	350.75	20	125.00	475.00	83.29
3	212.75	20	120.00	400.00	79.96
4	142.5	20	65.00	325.00	69.39
5	116.25	20	45.00	200.00	52.76
6	113.00	20	65.00	165.00	34.88

Verifica-se, como esperado, que o tamanho médio dos defeitos na superfície esmaltada aumenta significativamente com o tamanho médio das partículas de piroxênios introduzidas na massa cerâmica.

Os valores de tamanho médio de defeito foram utilizados na determinação dos Graus de Severidade e Detecção, apresentados nos itens 5.4.2 e 5.4.3.

5.3.5 - Quantidade de Defeitos na Superfície Esmaltada

A quantidade de defeitos foi determinada, conforme descrito no item 4.5.2, para amostras dos seis grupos de simulação, estando os valores obtidos apresentados na tabela 5.5.

Tabela 5.5 - Número de defeitos na superfície esmaltada - ND.

Grupo	ND [1/mm ²]
1	134.05
2	143.70
3	102.38
4	44.22
5	28.57
6	25.51

Verifica-se, como esperado, que a quantidade de defeitos na superfície esmaltada aumenta com o tamanho médio de partícula de piroxênio introduzida na massa cerâmica.

Esses valores foram utilizados na Determinação da ocorrência do defeito, apresentado no item 5.4.1.

5.4 - Análise do Risco de Falha para os Grupos de Simulação

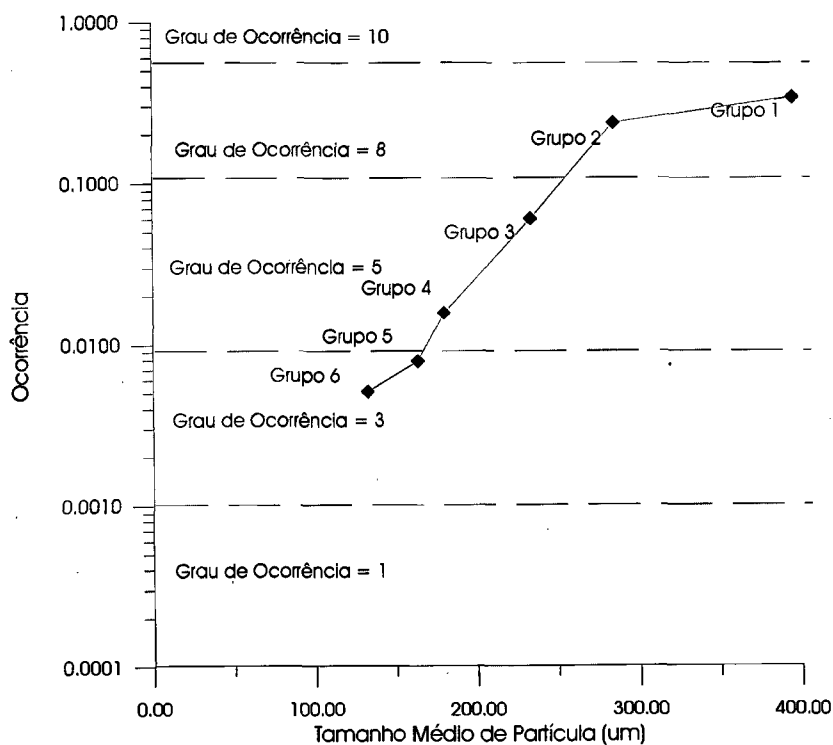
5.4.1 -Grau de Ocorrência da Falha

Os Graus de Ocorrência obtidos para cada grupo de simulação, de acordo com os critérios apresentados na tabela 3.1, estão apresentados na tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Graus de Ocorrência obtidos para os grupos de simulação.

Grupo	Ocorrência	Grau de Ocorrência
1	345.05	8
2	238.31	8
3	60.76	5
4	15.81	5
5	7.90	3
6	5.14	3

A figura 5.33 apresenta a Curva de Ocorrência obtida pelo método descrito no item 3.4, confirmando o aumento da ocorrência do defeito, em função do tamanho de partícula de piroxênio, bem como a evolução do Grau de Ocorrência da Falha.

**Figura 5.33** - Evolução do Grau de Ocorrência em função do tamanho médio de partícula- grupos de simulação.

É possível verificar que o tamanho das partículas de piroxênios possuem grande influência sobre o Grau de Ocorrência, ou seja, sobre a probabilidade de ocorrência do defeito. Verifica-se também que quanto maior o tamanho médio das partículas de piroxênios maior é a probabilidade de ocorrência do defeito.

Dentre os grupos de simulação, três níveis de probabilidade de ocorrência foram verificadas. As faixas granulométricas de partículas de piroxênio utilizadas nos grupos de simulação 1 e 2 acarretam uma Alta probabilidade de ocorrência de defeito nos produtos cerâmicos.

Nos grupos de simulação 3 e 4 a probabilidade de ocorrência do defeito foi classificada como Moderada, enquanto que nos grupo 5 e 6 essa probabilidade foi classificada como Baixa.

5.4.2 - Grau de Severidade da Falha

O Grau de Severidade da Falha obtido para cada grupo de simulação, de acordo com os critérios apresentados na tabela 3.2, estão apresentados na tabela 5.7.

Tabela 5.7 - Graus de Severidade da Falha obtidos para os grupos de simulação.

Grupo de Simulação	Tamanho médio de defeito (µm)	Grau de Severidade
1	469.20	8
2	350.75	5
3	212.75	3
4	142.5	1
5	116.25	1
6	113.00	1

A figura 5.34 apresenta a evolução do tamanho médio de defeito na superfície esmaltada em função do tamanho médio de partícula de piroxênio para os grupos de simulação, bem como a evolução do Grau de Severidade da falha.

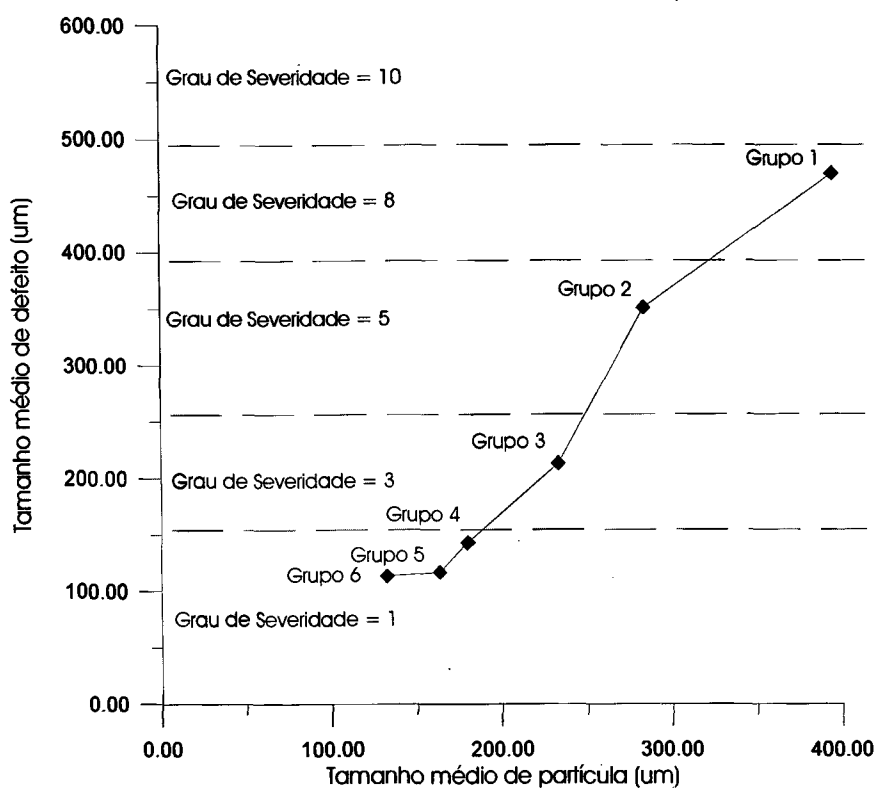


Figura 5.34 - Evolução do Grau de Severidade em função do tamanho de partícula.

Verifica-se que o tamanho das partículas de piroxênios possui influência sobre a severidade do defeito, ou seja, sobre a gravidade do efeito da falha em relação à qualidade do produto cerâmico.

As alterações da superfície verificadas nas amostras dos grupos de simulação 4, 5 e 6 possuem dimensões tais, que, conforme critérios do controle de qualidade da empresa, não são considerados defeito no produto cerâmico.

As alterações verificadas nas amostras do grupo de simulação 3, são identificadas pelo especialista no controle de qualidade, porém não causam efeito real na performance do produto cerâmico, sendo produtos com alterações de superfície similares classificados como classe extra.

As amostras dos grupos de simulação 1 e 2 apresentam alterações na superfície que acarretam diminuição da qualidade do produto, levando às classificações de refugo e comercial respectivamente.

5.4.3 Grau de Detecção da Falha

O Grau de Detecção obtidos para cada grupo de simulação, de acordo com os critérios apresentados na tabela 3.3, estão apresentados na tabela 5.8.

Tabela 5.8 - Graus de Detecção obtidos para os grupos de simulação.

Grupo de Simulação	Tamanho médio de defeito (μm)	Grau de Detecção
1	469.20	1
2	350.75	3
3	212.75	5
4	142.5	1
5	116.25	1
6	113.00	1

A figura 5.35 apresenta a evolução do Grau de Detecção da Falha em função do tamanho de partícula de piroxênio.

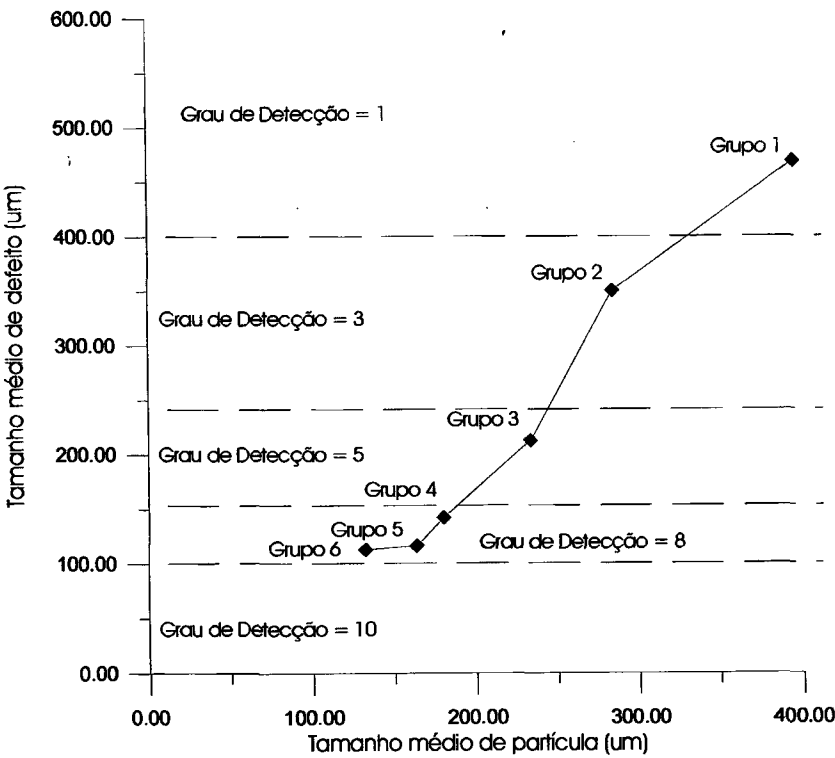


Figura 5.35 - Evolução do Grau de Detecção em função do tamanho médio de partícula de piroxênio.

A probabilidade de detecção do defeito aumenta com o tamanho de partícula de piroxênio, pois quanto maior as dimensões de um defeito maior é a probabilidade dele ser detectado pelo controle de qualidade.

O grupo de simulação 1 apresenta defeitos de dimensões tais que facilmente é detectado pelo controle de qualidade, sendo classificada sua probabilidade de detecção como Muito Alta.

Os grupos de simulação 2 e 3 apresentam defeitos classificados com probabilidade de detecção Alta e Moderada respectivamente.

Os grupos de simulação 4, 5 e 6 apresentam uma probabilidade de detecção Baixa devido as dimensões dos defeitos identificados nas amostras; porém foram classificados com Grau de Detecção 1 por não afetarem a qualidade do produto cerâmico, conforme descrito no item 3.6.

5.4.4 - Classificação do Risco de Falha dos Grupos de Simulação

A classificação do risco de falha visou quantificar o risco de falha, no caso do defeito em estudo, em função da malha da peneira utilizada no processo de peneiramento da barbotina. Essa análise esta apresentada na tabela 5.9.

Tabela 5.9 - Classificação do Risco de Falha para os grupos de simulação.

Grupo	Grau de Ocorrência	Grau de Severidade	Grau de Detecção	Risco	Classificação
1	8	8	1	64	Baixo
2	8	5	3	120	Moderado
3	5	3	5	75	Baixo
4	5	1	1	5	Desprezível
5	3	1	1	3	Desprezível
6	3	1	1	3	Desprezível

De acordo com as análises anteriores pode-se verificar a evolução do Risco de Falha em função do tamanho de partícula de piroxênio encontrada no substrato cerâmico, apresentada na figura 5.36.

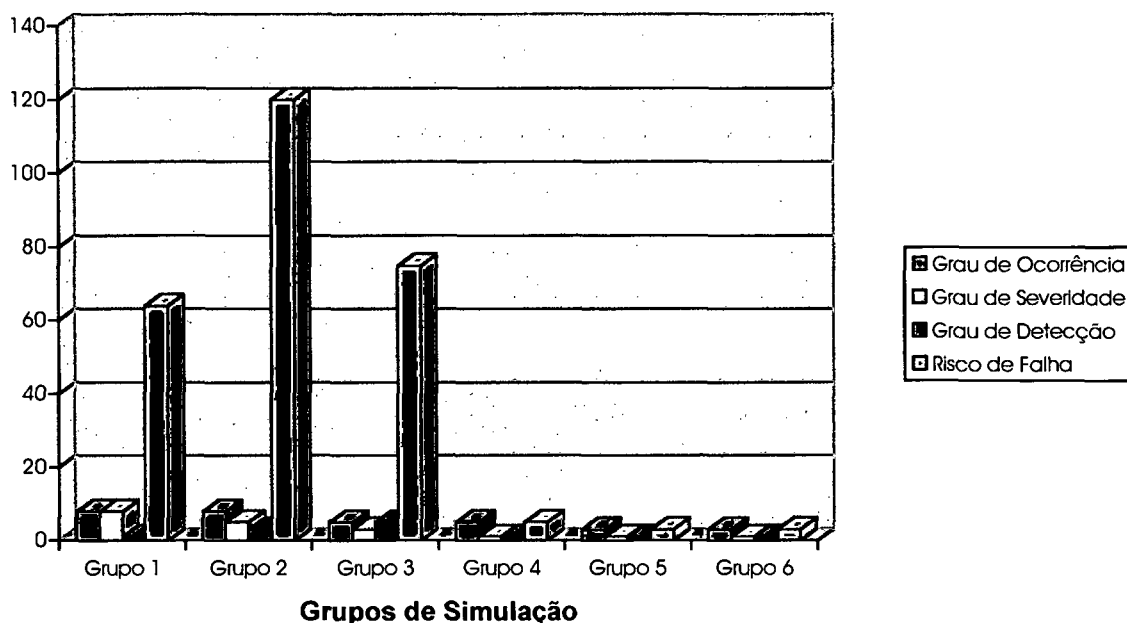


Figura 5.36 - Evolução do Risco de Falha entre os grupos de simulação.

Verifica-se que os grupos de simulação 1, 2 e 3 apresentam valores de Risco de Falha muito superiores aos grupos 4, 5 e 6. A presença de partículas de piroxênios no substrato cerâmico, nas faixas granulométricas utilizadas nos três primeiros grupos, acarretam maiores prejuízos a qualidade do produto cerâmico, e portanto à empresa, do que aquelas utilizadas nos outros três grupos de simulação.

Uma grande variação do risco de falha ocorre entre os grupos de simulação 3 e 4, equivalentes à utilização de peneiras 80 e 120 mesh, respectivamente, no processo produtivo. Evidencia-se que alterações de peneiras dentro dessa faixa, acarretariam em e uma grande variação da eficiência do processo de peneiramento da barbotina, no que se refere ao controle desse defeito.

No processo industrial de peneiramento da barbotina é utilizada malha 120 mesh, ou seja, as maiores partículas presentes no substrato cerâmico são, em média, similares aquelas utilizadas no grupo de simulação 4.

Entretanto, realizando uma análise comparativa entre o histórico do defeito na linha e as amostras obtidas da simulação, verifica-se que as características de ocorrência e severidade dos defeitos verificados nas amostras do grupo 3 são as que mais se assemelham dos defeitos identificados na linha de produção.

A partir desses resultados pressupõem-se que diferenças entre os procedimentos industriais e laboratoriais utilizados na confecção das amostras de produtos cerâmicos para simulação possam ter acarretado variações nas características do defeito.

No processo produtivo o controle granulométrico das partículas de piroxênios é feita via úmida, realizada simultaneamente com os outros constituintes da barbotina, enquanto que na simulação do defeito essa separação foi realizada via seca devido as dificuldades de separação das fases piroxênicas do fonolito.

A separação mecânica por peneiramento via úmida apresenta resultados diferentes do peneiramento via seca devido à presença da água. No processo industrial, entre outros fatores, a barbotina é constituída por diversos tipos de partículas que abrangem uma faixa granulométrica mais larga.

Devido à esses fatores, partículas de tamanho maiores que ficariam retidas no peneiramento via seca, tornam-se passantes pela mesma peneira quando essa etapa é realizada via úmida, acarretando no aumento do tamanho médio de partícula de piroxênios passantes por uma mesma malha.

Levando-se em consideração estes aspectos, a utilização do tamanho da partícula de piroxênio como parâmetro de análise mostra-se eficiente para realização desse estudo, evitando que os parâmetros de processo influenciem nos resultados.

Assim, o presente estudo fornece ao corpo técnico da empresa maiores informações sobre o defeito, possibilitando, através do conhecimento dos fatores que influenciam na ocorrência do defeito, um controle adequado no processo produtivo.

6.1 - Conclusões

A - Matérias Primas

- ✓ O defeito em estudo está relacionado com a utilização do fonolito como matéria prima na formulação da massa cerâmica. O fonolito proveniente do município de Lages é composto por feldspatos, feldspatóides e piroxênios.
- ✓ Os feldspatos presentes no fonolito são o ortoclásio (feldspato potássico), albita (feldspato sódico) e, em menor quantidade, a anortita (feldspato cálcico). Os feldspatóides presentes são a nefelina e a kalsilita, encontradas em solução sólida.
- ✓ O alto teor de ferro do fonolito é proveniente dos piroxênios. As fases piroxênicas foram identificadas como sendo aegerina e augita.
- ✓ A temperatura de início de formação de fase líquida do fonolito (1023 °C) é inferior à temperatura de fusão dos piroxênios (1041 °C), devido a menor quantidade de cátions presentes no fonolito; sendo ambas inferiores à temperatura máxima de sinterização (1175 °C)

B - Defeito

- ✓ A origem do defeito está nas partículas de piroxênios presentes no substrato cerâmico e localizadas próximo à superfície esmaltada.

- ✓ O mecanismo de ocorrência do defeito está relacionado com os seguintes fenômenos: (i) a expansão volumétrica dos gases provenientes da dissociação de carbonatos presente nos piroxênios e, (ii) a expansão da própria partícula de piroxênio.
- ✓ O tamanho da partícula de piroxênio influencia na ocorrência e gravidade do defeito, pois quanto maior a partícula, maior é o volume de material que funde logo abaixo da camada de esmalte, aumentando assim as proporções dos fenômenos.
- ✓ Verifica-se que, para o defeito em estudo, a utilização de peneiras 60, 80 e 120 mesh no processo produtivo, possibilita a ocorrência de defeitos que acarretam uma grande diminuição da qualidade do produto. Entretanto, a utilização das malhas 150, 170 e 200 mesh acarretam em alterações da superfície que não afetam a qualidade do produto cerâmico de pavimento.
- ✓ A alteração da peneira 120 mesh, utilizada industrialmente, para 150 mesh acarretaria em um grande aumento da eficiência do processo de peneiramento da barbotina em relação ao defeito em estudo.

C - Metodologia

- ✓ A metodologia baseada na técnica FMEA mostrou-se adequada para o estudo de defeitos em produtos cerâmicos, pois permite quantificar separadamente a ocorrência, a severidade e a probabilidade de detecção do defeito para cada alteração do processo produtivo estudada; e assim realizar uma análise global dessas características.

6.2 - Propostas para trabalhos futuros

- ✓ Estudo da moabilidade dos piroxênios no processo industrial de moagem, visando obter partículas de piroxênios de granulometria inferior àquela obtida atualmente.
- ✓ Estudo da viabilidade da utilização dos piroxênios em diversas aplicações que utilizem-se das suas elevadas características de resistência química e pureza.
- ✓ Realização de estudos e caracterização de defeitos em produtos cerâmicos que estejam relacionados com a presença de partículas ou aglomerados na massa cerâmica, utilizando o processo de peneiramento da barbotina como meio de controle. Estes estudos proporcionariam conhecimentos sobre essa etapa do processo produtivo que auxiliariam na seleção da malha de peneira utilizada visando a otimização dessa etapa do processo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] OLIVEIRA, A. P. N.; *Efeito da Fração Volumétrica e do Tamanho de Partícula de Silicato de Zircônio sobre a Resistência a Abrasão de Vidrados Transparentes*. Dissertação de Mestrado. Florianópolis: UFSC, 1992.
- [2] DONEDA, C.; *Efeito de Aditivos Endurecedores em Fritas Cerâmicas de Monoqueima Rápida*. Dissertação de Mestrado. Florianópolis: UFSC, 1993.
- [3] NETO, J. B. R.; *Caracterização e Otimização do Processo de Moagem de uma Massa Cerâmica Grês*. Dissertação de Mestrado. Florianópolis - UFSC, 1994 .
- [4] BERNARDIN, A. M.; *Delineamento de Experimentos utilizando as Técnicas de Taguchi para Formulação de Massa Cerâmica*. Dissertação de Mestrado. Florianópolis: UFSC, 1994.
- [5] Ceramic Economic Forum - Bericht der Deutschen Keramischen Gesellschaft - CFI 04/1996.
- [6] VERDUCHI, A. D.; et al.; *Colocacion de Pavimentos Y Revestimentos Ceramicos*. Castellón: AICE-ITC, 1992.
- [7] SEBASTIÀ, A. C.; RENAU, R. G.; *Apuntes de Operaciones Basicas en la Fabricación de Pavimentos y Revestimentos Cerámicos*. Valencia. Generalitat Valenciana, 1991.
- [8] ISO DRAFT 10545 - Ceramic Tiles - Test Methods, Ed. Int. CERLabs, 1994.
- [9] JUAN, B. A.; VILCHES, J. S.; *Apostila "Curso de Fabricação de Revestimento Cerâmico"*. AICE - ITC, 1993.
- [10] RENAU, R. G.; *Pastas e Vidrados en la Fabricacion de Pavimentos y Revestimentos Cerámicos*. Castellón, Faenza Editrice Iberica, S.L., 1994.

- [11] MUSSOLIN, S.; DONEDA, C.; VITÓRIO, C.; ALARCON, O.; "*Caracterização do Fonolito Utilizado na Formulação de Pavimentos Cerâmicos*". Cerâmica Industrial - ABC. Volume 1 - Número 2 -1996. 23.
- [12] CIPRIANI, C.; GARAVELLI, C.; *Cristallografia chimica e mineralogica speciale*. Uses edizione scientifica Firenze, Firenze, Italia, 1970.
- [13] WORRAL, W. E.; *Ceramic raw materials*. Pergamon Press, 2nd edition, UK: 1982.
- [14] TAYLOR, J. R.; BULL, A. C.; *Ceramic glaze technology*. Oxford Press, London, 1986.
- [15] KLEIN, C.; HURLBUT, C. S.; *Manual of mineralogy*. John Willey & Sons, Inc. 21st edition, 1995.
- [16] US MIL - STD - 1629; *Procedures for Performing a Failure Mode, Effects and Criticality Analysis*.
- [17] PRIEST, J. W.; *Engineering Design for Producibility and Reliability*, Marcel Dekker, Texas, 1988.
- [18] BLANCHARD, B. S. & FABRYCKY, W.S.; *Systems Engineering and Analysis*, Prentice Hall, 1990.
- [19] ORTS, M.J.; ENRIQUE, J.E.; A. GOZALBO; NEGRE, F.; *Productions Faults in Ceramic Tiles*, TBI, Valencia - Volume 6 - nº 5, p.23-34, 1990.
- [20] BENLLOCH, Escardino A., et al.; *Quality Control in Tile Production*, Interceram, Bologna - nº2 , p 50-54, 1984
- [21] AMORÓS ALBARO, J.L. et al.; *Defectos de Fabricación de Pavimentos y Revestimientos Cerámicos*. Castellón: AICE-ITC, 1991
- [22] O'CONNOR, P.D.T.; *Practical Reliability Engineering*, 2st edition, John Wiley and Sons, 1989.

- [23] FABBRI, B.; FIORI, C.; RAVAGLIOLI, A. *Materie prime ceramiche*. Faenza editrice. Faenza, Italia, 1989.
- [24] SCHEIBE, L. F. *Geologia e petrologia do distrito alcalino de Lages, SC*. Tese de doutoramento, Universidade de São Paulo, SP, 1986.
- [25] BROWN, G.; BRINDLEY, G.W. *Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification*. Edited by G. Brown. London: Mineralogical Society, 1980.